

UNIVERSITÉ PARIS-SUD

ÉCOLE DOCTORALE 288 :  
ONDES ET MATIÈRE

Laboratoire d'Ingénierie des Surfaces et Lasers

# THÈSE DE DOCTORAT

PHYSIQUE

par

**Sang PHAM TU QUOC**

Caractérisation des propriétés d'un matériau  
par radiométrie photothermique modulée

**Date de soutenance : 05/12/2014**

**Composition du jury :**

|                      |   |   |
|----------------------|---|---|
| Directeur de thèse : | Alexandre SEMEROK                                       | Ingénieur CEA (CEA Saclay)  |
| Rapporteurs :        | Jean-Christophe BATSALE<br>Mihai CHRITOC                | Professeur (Université de Bordeaux)<br>Professeur (Université de Reims)                                     |
| Examineurs :         | Djamel BENREDJEM<br>Christian GRISOLIA<br>Roger REICHLE | Professeur (Université de Paris Sud)<br>Ingénieur CEA (CEA Cadarache)<br>Ingénieur ITER (ITER Organization) |
| Membres invités :    | Guy CHEYMOL   | Ingénieur CEA (CEA Saclay)  |



# Résumé

L'objectif de nos études est d'appliquer la technique de radiométrie photothermique modulée, technique non intrusive et applicable à distance, pour d'une part, mesurer l'épaisseur et la diffusivité thermique d'une plaque, et d'autre part, caractériser une couche sur un substrat. Un modèle thermique du chauffage 3D a été développé avec prise en compte de l'échange thermique par convection dans le cas d'une plaque, et de la résistance thermique de l'interface dans le cas d'une couche sur un substrat. Une analyse de sensibilité des paramètres sur le déphasage et des études multiparamétriques ont été réalisées à l'aide d'un code de calcul développé sous Matlab. Des formules simples ont ainsi été déterminées pour mesurer l'épaisseur et la diffusivité thermique d'une plaque ainsi que le rapport des effusivités thermiques dans le cas d'une couche sur un substrat. Les formules établies pour les plaques ont été validées expérimentalement sur des plaques d'épaisseur variant de 100µm à 500µm pour différents métaux : inox 304L, nickel, titane, tungstène, molybdène, zinc et fer. L'incertitude de ces déterminations est inférieure à 10% pour l'épaisseur et inférieure à 15% pour la diffusivité thermique.

La technique a ensuite été appliquée à des gaines de Zircaloy-4, qui représentent une application très intéressante dans le domaine du nucléaire : les résultats montrent que la présence de la couche d'oxyde, d'épaisseur quelques µm, n'a que très peu d'influence sur les déterminations de l'épaisseur et de la diffusivité thermique du Zircaloy-4. Le comportement du déphasage à hautes fréquences (> 1 kHz) ouvre de plus de nouvelles perspectives, avec la possibilité d'étendre le domaine d'application de la méthode aux couches semi-transparentes et aux couches très minces (inférieures au µm).

# Abstract

Modulated photothermal radiometry, a remote non-intrusive technique, was used to measure the thickness and the thermal diffusivity of a metal plate and to characterize a layer on a substrate. A thermal model of 3D heating was developed with considering the thermal exchange by convection for a plate and the thermal resistance of the interface for a layer on a substrate. The sensibility analysis and the multi-parameter studies on the phase shift were performed by the code developed with the Matlab software. Simple formulas were obtained to determine the thickness and the thermal diffusivity of a plate and the ratio of the thermal effusivities for a layer on a substrate. The obtained formulas were experimentally validated for 100  $\mu\text{m}$  - 500  $\mu\text{m}$  plate thickness of various metals (stainless steel 304L, nickel, titanium, tungsten, molybdenum, zinc and iron). The uncertainty of the measurements was lower than 10 % for thickness and lower than 15 % for thermal diffusivity determination.

The same technique was applied in the study on Zircaloy-4 cladding that may be of particular interest for the nuclear industry. It was found that the presence of the oxide layer of some  $\mu\text{m}$  thickness had practically no effect on the thickness and the thermal diffusivity measurements of Zircaloy-4 cladding. However, the observed effect of a phase shift on high frequency ( $> 1\text{kHz}$ ) may open new perspectives and widen the field of the method application for semi-transparent layers and for very thin layers (of less than  $\mu\text{m}$  thickness).

# Remerciement

Cette thèse est l'aboutissement de trois années de travail au sein du Laboratoire des Ingénieries des Surfaces et Lasers, au Commissariat à l'Energie Atomique et aux Energies Alternatives de Saclay (DEN/DANS/DPC/SEARS/LISL). Ce travail n'aurait pas été possible sans le soutien de nombreuses personnes que je souhaiterais remercier ici.

Je tiens tout d'abord à exprimer toute ma gratitude à deux personnes qui ont été les plus proches de moi au cours de ces trois années : M. Guy CHEYMOL, responsable de ma thèse et M. Alexandre SEMEROK, directeur de ma thèse, pour ses disponibilités, ses encouragements et son amitié, et qui m'ont suivi tout au long de ces trois années.

Je souhaite remercier, M. Frédéric CHARTIER, qui a apporté son soutien financier pour ce projet.

J'adresse tous mes remerciements à M. Jean-Christophe BASTALE et M. Mihai CHIRTOC, rapporteurs de ma thèse, pour leur expertise scientifique et ses regards attentifs sur ce travail.

J'adresse de plus mes remerciements à M. Djamel BENREDJEM, M. Christian GRISOLIA et M. Roger REICHLE pour leur acceptation d'être le jury de ma thèse.

Je souhaiterais aussi remercier Mme Catherine GALLOU, Mme Nadège CARON et M. Hicham MASKROT qui m'ont aidé pour la relecture et la correction des présentations, des articles et aussi M. Gilles MOUTIERS pour les conseils furent précieux.

Je tiens de plus à remercier l'ensemble du laboratoire LISL, qui m'a aidé au cours de ces trois années, M. George BRUNEL pour son aide électronique, Christian LASCOUTOUNA pour son aide mécanique, M. Hervé LONG pour son aide informatique, Mme Cécile BLANC pour les inscriptions des formations, Mme Barbara DELAHAYE pour la gestion administrative, M. Jerome VARLET pour son aide sur la préparation des échantillons. Je n'oublierai pas les différentes personnes du bâtiment 467 : Pascal, Eric, Laure, Daniel FARCAGE, Daniel L'HERMITE, Olivier, François, Wilfried, Nadine, Evelyne, Jean-Baptiste, Jean-Luc pour leur bonne humeur.

Je n'oublierai pas les jeunes avec qui, j'ai eu l'occasion de passer les bons moments dehors le bureau: Rawad, mon co-bureau, Van De, Lucille, Céline, Jessica, Maria, Liana, Laurent et les stagiaires.

Enfin, je souhaiterais remercier ma famille pour ses soutiens inconditionnels, leur encouragement et la confiance qu'ils m'ont accordés pendant ces trois années.

# Sommaire

|   |           |
|---|-----------|
| <b>RESUME</b>   | <b>1</b>  |
| <b>REMERCIEMENT</b>   | <b>3</b>  |
| <b>SOMMAIRE</b>   | <b>4</b>  |
| <b>LISTE DES FIGURES</b>  | <b>7</b>  |
| <b>LISTE DES TABLEAUX</b>   | <b>11</b> |
| <b>NOMENCLATURE</b>   | <b>12</b> |
| <b>INTRODUCTION</b>   | <b>13</b> |
| <b>CHAPITRE 1. ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE – CARACTERISATION DES PROPRIETES DE SURFACE</b>              | <b>15</b> |
| 1.1. PROPRIETES THERMIQUES ET DIFFERENTES METHODES DE CARACTERISATION                             | 16        |
| 1.1.1. PROPRIETES THERMIQUES  | 16        |
| 1.1.2. DIFFERENTES METHODES DE CARACTERISATION DES PROPRIETES THERMIQUES D'UN MATERIAU            | 17        |
| 1.1.2.1. Méthodes de caractérisation par chauffage transitoire                                    | 17        |
| 1.1.2.2. Méthodes de caractérisation par chauffage modulé   | 20        |
| 1.2. RADIOMETRIE PHOTOTHERMIQUE MODULEE   | 23        |
| 1.2.1. PHOTOTHERMIQUE - PHENOMENES THERMIQUES DU CHAUFFAGE PAR LASER                              | 25        |
| 1.2.1.1. Création de la source de chaleur (conversion de rayonnement en chaleur)                  | 26        |
| 1.2.1.2. Mécanismes de transfert de la chaleur par conduction                                     | 27        |
| 1.2.1.3. Dommage thermique  | 29        |
| 1.2.2. RADIOMETRIE - RAYONNEMENT THERMIQUE ET LA DETECTION  | 29        |
| 1.2.2.1. Corps noir   | 29        |
| 1.2.2.2. Corps réels  | 30        |
| 1.2.2.3. Détection des ondes thermiques   | 31        |
| 1.3. DETECTION SYNCHRONE  | 32        |
| 1.4. OBJECTIFS DE LA THESE  | 33        |
| <b>CHAPITRE 2: MODELISATION DU DEPHASAGE THERMIQUE – CAS D'UNE COUCHE SUR UN SUBSTRAT</b>         | <b>34</b> |
| 2.1. MODELE THERMIQUE POUR LE CHAUFFAGE 3D PAR LASER D'UNE COUCHE SUR UN SUBSTRAT                 | 35        |
| 2.1.1. PRESENTATION DU MODELE   | 36        |
| 2.1.2. INTERET DES ANALYSES DE SENSIBILITE ET DES ETUDES MULTIPARAMETRIQUES                       | 40        |
| 2.2. APPLICATION AU CAS D'UNE PLAQUE  | 42        |
| 2.2.1. PRISE EN COMPTE DES CONDITIONS D'ECHANGE THERMIQUE PAR CONVECTION DANS LE CAS D'UNE PLAQUE | 42        |
| 2.2.2. ANALYSE DE SENSIBILITE DES PARAMETRES  | 44        |
| 2.2.2.1. Analyse de sensibilité du déphasage aux différents paramètres                            | 45        |
| 2.2.2.2. Analyse de sensibilité de l'amplitude aux différents paramètres                          | 48        |

|                    |   |           |
|--------------------|---|-----------|
| 2.2.2.3.           | Conclusion sur l'analyse de sensibilité   | 49        |
| 2.2.3.             | ETUDE MULTIPARAMETRIQUE SUR LE DEPHASAGE  | 49        |
| 2.2.3.1.           | Influence du coefficient d'absorption, du coefficient d'échange thermique et de la position du point mesuré   | 49        |
| 2.2.3.2.           | Influence de la diffusivité thermique, de l'épaisseur et du rayon de faisceau laser sur la courbe de déphasage  | 52        |
| 2.2.3.3.           | Variation de la valeur et de la fréquence du déphasage minimal ( $\phi_{min}$ , $f_{min}$ ), en fonction de la diffusivité thermique et de l'épaisseur de la plaque et du rayon du faisceau laser | 54        |
| 2.2.3.4.           | Détermination des relations simples   | 57        |
| 2.2.3.5.           | Limite d'application des relations simples  | 59        |
| <b>2.3.</b>        | <b>APPLICATION AU CAS D'UNE PLAQUE EPAISSE <math>L \gg r_0</math></b>   | <b>59</b> |
| 2.3.1.             | ANALYSE DE SENSIBILITE DES PARAMETRES   | 60        |
| 2.3.2.             | ETUDE MULTIPARAMETRIQUE   | 60        |
| <b>2.4.</b>        | <b>APPLICATION POUR LE CAS D'UNE COUCHE SUR UN SUBSTRAT SEMI-INFINI</b>   | <b>62</b> |
| 2.4.1.             | CONTACT THERMIQUE PARFAIT ENTRE LA COUCHE ET LE SUBSTRAT  | 63        |
| 2.4.1.1.           | Analyse de sensibilité des paramètres   | 63        |
| 2.4.1.1.1.         | Cas 1 : $r_0 \gg L$ (chauffage 1D)  | 64        |
| 2.4.1.1.2.         | Cas 2 : $r_0 \approx L$ (chauffage 3D)  | 65        |
| 2.4.1.2.           | Etude multiparamétrique sur le déphasage, cas 1 : $r_0 \gg L$ (chauffage 1D)  | 66        |
| 2.4.2.             | CONTACT THERMIQUE INTERMEDIAIRE ENTRE LA COUCHE ET LE SUBSTRAT  | 67        |
| <b>2.5.</b>        | <b>CONCLUSIONS DU CHAPITRE 2</b>  | <b>68</b> |
| <br>               |   |           |
| <b>CHAPITRE 3.</b> | <b>MONTAGE EXPERIMENTAL</b>   | <b>71</b> |
| <b>3.1.</b>        | <b>LASER ET GENERATEUR DE FONCTION</b>  | <b>74</b> |
| 3.1.1.             | CARACTERISTIQUES GENERALES  | 74        |
| 3.1.2.             | MESURE DU RAYON DU FAISCEAU LASER   | 76        |
| 3.1.2.1.           | Calibration   | 77        |
| 3.1.2.2.           | Mesure du rayon du faisceau laser   | 79        |
| <b>3.2.</b>        | <b>DETECTEUR INFRAROUGE ET PHOTODIODE</b>   | <b>81</b> |
| 3.2.1.             | DETECTEUR INFRAROUGE  | 81        |
| 3.2.2.             | PHOTODIODE  | 83        |
| <b>3.3.</b>        | <b>SYSTEME OPTIQUE DE COLLECTION DU RAYONNEMENT INFRAROUGE</b>  | <b>84</b> |
| <b>3.4.</b>        | <b>AMPLIFICATEUR A DETECTION SYNCHRON</b>   | <b>86</b> |
| <b>3.5.</b>        | <b>PROCEDURE, REGLAGE ET CALIBRATION DU DEPHASAGE INTERNE DES DISPOSITIFS</b>   | <b>88</b> |
| 3.5.1.             | CALIBRATION DU DEPHASAGE INTERNE DU DETECTEUR INFRAROUGE ET DE LA PHOTODIODE  | 89        |
| 3.5.2.             | DEPHASAGE ENTRE LE SIGNAL LASER ET LE SIGNAL ELECTRIQUE   | 90        |
| 3.5.3.             | REGLAGE ET MESURE DU DEPHASAGE ENTRE LE SIGNAL THERMIQUE ET LE SIGNAL ELECTRIQUE  | 92        |
| 3.5.3.1.           | Réglage   | 92        |
| 3.5.3.2.           | Procédure de mesure   | 93        |
| <b>3.6.</b>        | <b>MESURE DE L'EPAISSEUR ET DE LA DIFFUSIVITE THERMIQUE</b>   | <b>94</b> |
| <b>3.7.</b>        | <b>VERIFICATION DE LA MESURE DE DEPHASAGE</b>   | <b>95</b> |
| <b>3.8.</b>        | <b>CONCLUSION DU CHAPITRE 3</b>   | <b>96</b> |
| <br>               |   |           |
| <b>CHAPITRE 4.</b> | <b>RESULTATS EXPERIMENTAUX</b>  | <b>97</b> |
| <b>4.1.</b>        | <b>CONDITIONS EXPERIMENTALES ET EVALUATION DES INCERTITUDES</b>   | <b>98</b> |

|                                 |  |            |
|---------------------------------|--|------------|
| 4.1.1.                          | CONDITIONS EXPERIMENTALES  | 98         |
| 4.1.2.                          | EVALUATION D'INCERTITUDES  | 99         |
| 4.1.2.1.                        | Calcul d'incertitude composée de la mesure de l'épaisseur et de la diffusivité thermique | 99         |
| 4.1.2.2.                        | Sources d'incertitudes   | 100        |
| <b>4.2.</b>                     | <b>LES PLAQUES METALLIQUES</b>   | <b>101</b> |
| 4.2.1.                          | CARACTERISTIQUES DES PLAQUES   | 101        |
| 4.2.2.                          | NOTATIONS  | 102        |
| 4.2.3.                          | RESULTATS DE MESURES DU DEPHASAGE  | 104        |
| 4.2.3.1.                        | Titane   | 105        |
| 4.2.3.2.                        | Inox 304L  | 106        |
| 4.2.3.3.                        | Fer  | 107        |
| 4.2.3.4.                        | Nickel   | 108        |
| 4.2.3.5.                        | Tungstène  | 109        |
| 4.2.3.6.                        | Zinc   | 110        |
| 4.2.3.7.                        | Molybdène  | 112        |
| 4.2.3.8.                        | Discussions et conclusions du résultat des plaques                                       | 113        |
| <b>4.3.</b>                     | <b>LES GAINES ZIRCALOY-4</b>   | <b>115</b> |
| 4.3.1.                          | CARACTERISTIQUE DES GAINES ZIRCALOY-4  | 115        |
| 4.3.2.                          | RESULTATS DE MESURE DE DEPHASAGE   | 116        |
| 4.3.2.1.                        | Gaine Zircaloy-4 vierge  | 116        |
| 4.3.2.2.                        | Gaine Zircaloy-4 avec couche d'oxyde   | 117        |
| <b>4.4.</b>                     | <b>OPTIMISATION DES MESURES DES PLAQUES</b>  | <b>120</b> |
| 4.4.1.                          | METHODE D'OPTIMISATION   | 120        |
| 4.4.2.                          | RESULTATS OPTIMISES DE L'ÉPAISSEUR ET DE LA DIFFUSIVITÉ THERMIQUE                        | 123        |
| <b>4.5.</b>                     | <b>CONCLUSIONS DU CHAPITRE 4</b>   | <b>125</b> |
| <b>CONCLUSIONS GENERALES</b>    |  | <b>127</b> |
| <b>LISTE DES COMMUNICATIONS</b> |  | <b>130</b> |
| <b>REFERENCES</b>               |  | <b>131</b> |



# Liste des figures

|  |    |
|--|----|
| FIGURE 1.1. CHAUFFAGE IMPULSIONNEL   | 18 |
| FIGURE 1.2. REPONSES EN TEMPERATURE DES FACES AVANT ET ARRIERE A UNE IMPULSION FLASH SUR LA FACE AVANT   | 18 |
| FIGURE 1.3. ELEVATION DE LA TEMPERATURE DE FACE ARRIERE (VERS LA TEMPERATURE LIMITE)   | 19 |
| FIGURE 1.4. CHUTE DE LA TEMPERATURE DE FACE ARRIERE (VERS LA TEMPERATURE LIMITE)   | 20 |
| FIGURE 1.5. VARIATION DE LA TEMPERATURE SURFACIQUE SOUS UNE SOURCE DE CHAUFFAGE MODULEE  | 21 |
| FIGURE 1.6. MONTAGE ASSOCIE A LA RADIOMETRIE PHOTOTHERMIQUE MODULEE  | 24 |
| FIGURE 1.7. PHENOMENES MIS EN JEUX LORS DU CHAUFFAGE PAR LASER   | 26 |
| FIGURE 1.8. REFLEXION, TRANSMISSION ET ABSORPTION DU RAYONNEMENT   | 26 |
| FIGURE 1.9. TRANSFERT THERMIQUE PAR CONDUCTION   | 27 |
| FIGURE 1.10. LUMINANCE ENERGETIQUE MONOCHROMATIQUE DU CORPS NOIR   | 30 |
| FIGURE 2.1. SYNOPTIQUE DU CHAUFFAGE PAR LASER D'UNE COUCHE SUR UN SUBSTRAT   | 35 |
| FIGURE 2.2. TROIS COURBES DE DEPHASAGE EN FONCTION DE LA FREQUENCE VOISINE POUR 3 ECHANTILLONS DIFFERENTS  | 41 |
| FIGURE 2.3. SYNOPTIQUE DU CHAUFFAGE PAR LASER D'UNE PLAQUE SEULE AVEC PRISE EN COMPTE DE L'ECHANGE THERMIQUE PAR CONVECTION.   | 43 |
| FIGURE 2.4. DEPHASAGE ET SENSIBILITE DES PARAMETRES SUR LE DEPHASAGE EN FONCTION DE LA FREQUENCE. PLAQUE INOX D'EPaisseur 400 $\mu$ m CHAUFFEE PAR UN FAISCEAU LASER DE 1740 $\mu$ m DE RAYON.                                 | 45 |
| FIGURE 2.5. SENSIBILITE DU DEPHASAGE AU COEFFICIENT D'ABSORPTION ET AU COEFFICIENT D'ECHANGE THERMIQUE. PLAQUE INOX 400 $\mu$ m CHAUFFEE PAR UN FAISCEAU LASER DE 1740 $\mu$ m DE RAYON.                                       | 46 |
| FIGURE 2.6. SENSIBILITE DU POINT MESURE EN FONCTION DE LA FREQUENCE. PLAQUE INOX 400 $\mu$ m CHAUFFEE PAR UN FAISCEAU LASER DE 1740 $\mu$ m DE RAYON.  | 46 |
| FIGURE 2.7. AMPLITUDE DE LA VARIATION DE TEMPERATURE ET SENSIBILITE DE CETTE AMPLITUDE AUX DIFFERENTS PARAMETRES EN FONCTION DE LA FREQUENCE. PLAQUE INOX 400 $\mu$ m CHAUFFEE PAR UN FAISCEAU LASER DE 1740 $\mu$ m DE RAYON. | 48 |
| FIGURE 2.8. DEPHASAGE EN FONCTION DE LA FREQUENCE POUR DIFFERENTES VALEURS DU COEFFICIENT D'ABSORPTION. CAS D'UNE PLAQUE.  | 50 |
| FIGURE 2.9. DEPHASAGE EN FONCTION DE LA FREQUENCE POUR DIFFERENTES VALEURS DU COEFFICIENT D'ECHANGE THERMIQUE. CAS D'UNE PLAQUE.   | 50 |
| FIGURE 2.10. DEPHASAGE EN FONCTION DE LA FREQUENCE POUR DIFFERENTES POSITIONS DU POINT MESURE. CAS D'UNE PLAQUE.   | 51 |
| FIGURE 2.11. DEPHASAGE EN FONCTION DE LA FREQUENCE POUR DIFFERENTES VALEURS DE LA DIFFUSIVITE THERMIQUE DE LA PLAQUE.  | 52 |
| FIGURE 2.12. DEPHASAGE EN FONCTION DE LA FREQUENCE POUR DIFFERENTES VALEURS DE L'EPaisseur DE LA PLAQUE.   | 53 |
| FIGURE 2.13. DEPHASAGE EN FONCTION DE LA FREQUENCE POUR DIFFERENTES VALEURS DU RAYON DE FAISCEAU LASER. CAS D'UNE PLAQUE.  | 54 |
| FIGURE 2.14. DEPHASAGE MINIMAL EN FONCTION DE L'EPaisseur DE LA PLAQUE ET DE L'INVERSE DU RAYON DE FAISCEAU LASER  | 55 |
| FIGURE 2.15. FREQUENCE AU DEPHASAGE MINIMAL EN FONCTION DE LA DIFFUSIVITE THERMIQUE, DE L'EPaisseur DE LA PLAQUE ET DE L'INVERSE DU RAYON DE FAISCEAU LASER  | 56 |
| FIGURE 2.16. VALEURS DE COEFFICIENTS $\zeta_{\varphi}$ ET $\zeta_f$ EN FONCTION DE $\Phi_{\min}$   | 58 |

|  |    |
|--|----|
| FIGURE 2.17. DEPHASAGE EN FONCTION DE LA FREQUENCE POUR DIFFERENTES VALEURS DU RAPPORT $R_0/L$ . CAS D'UNE PLAQUE INOX.  | 59 |
| FIGURE 2.18. DEPHASAGE ET SENSIBILITE DES PARAMETRES SUR LE DEPHASAGE D'UN SOLIDE DE GRANDE EPAISSEUR  | 60 |
| FIGURE 2.19. DEPHASAGE EN FONCTION DE LA FREQUENCE POUR DIFFERENTES VALEURS DE LA DIFFUSIVITE THERMIQUE. CAS D'UNE PLAQUE EPAISSE $L \gg R_0$  | 61 |
| FIGURE 2.20. DEPHASAGE EN FONCTION DE LA FREQUENCE POUR DIFFERENTES VALEURS DU RAYON DE FAISCEAU LASER. CAS D'UNE PLAQUE EPAISSE $L \gg R_0$   | 61 |
| FIGURE 2.21. FREQUENCE AU DEPHASAGE $-22.5^\circ$ EN FONCTION DE LA DIFFUSIVITE THERMIQUE DE LA COUCHE ET DU RAYON DE FAISCEAU LASER   | 62 |
| FIGURE 2.22. DEPHASAGE ET SENSIBILITE D'UNE COUCHE SUR UN SUBSTRAT SEMI-INFINI DANS LE CAS $R=0$ ET $R_0 \gg L$  | 65 |
| FIGURE 2.23. DEPHASAGE ET SENSIBILITE D'UNE COUCHE SUR UN SUBSTRAT. $R=0$ , $R_0 \approx L$  | 65 |
| FIGURE 2.24. DEPHASAGE EN FONCTION DE LA FREQUENCE POUR DIFFERENTES VALEURS DU RAPPORT $E_c/E_s$ . CONTACT THERMIQUE PARFAIT ( $R=0$ ) ET $R_0 \gg L$ .  | 66 |
| FIGURE 2.25. RAPPORT $E_c/E_s$ EN FONCTION DU DEPHASAGE EXTREMAL. CONTACT THERMIQUE PARFAIT ( $R=0$ ) ET $R_0 \gg L$ .   | 67 |
| FIGURE 2.26. DEPHASAGE ET SENSIBILITE D'UNE COUCHE SUR UN SUBSTRAT, CONTACT THERMIQUE INTERMEDIAIRE, $R_0 \gg L$ .   | 68 |
| FIGURE 2.27. DETERMINATION DE L'EPAISSEUR ET DE LA DIFFUSIVITE THERMIQUE D'UNE PLAQUE  | 69 |
| FIGURE 2.28. DETERMINATION DE DIFFUSIVITE THERMIQUE D'UN SOLIDE  | 70 |
| FIGURE 2.29. DETERMINATION DU RAPPORT DES EFFUSIVITES DE LA COUCHE ET DU SUBSTRAT  | 70 |
| FIGURE 3.1. SCHEMA DU MONTAGE EXPERIMENTAL   | 72 |
| FIGURE 3.2. LASER A FIBRE ML50-CWR-TKS ET GENERATEUR DE FONCTION (GAUCHE) ET SPECTRE OPTIQUE DELIVRE (DROITE)  | 74 |
| FIGURE 3.3. PUISSANCE DU LASER ML50-CWR-TKS EN FONCTION DE LA VALEUR DE LA TENSION, A DIFFERENTES FREQUENCES   | 75 |
| FIGURE 3.4. MONTAGE EXPERIMENTAL DE LA MESURE DE LA TAILLE DU FAISCEAU LASER   | 76 |
| FIGURE 3.5. SCHEMA DE LA CALIBRATION DU MONTAGE. L'IMAGE DU FAISCEAU SUR LE SCHEMA EST OBTENUE AVEC UN GRANDISSEMENT DE $\frac{1}{4}$ ENVIRON  | 77 |
| FIGURE 3.6. MESURES DES INTERVALLES ENTRE GRADUATIONS SUR LA LAME DE VERRE GRAVEE  | 77 |
| FIGURE 3.7. IMAGES ET PROFILS DU FAISCEAU LASER DANS LE PLAN D'OBSERVATION AVEC LAME GRADUEE   | 78 |
| FIGURE 3.8. SCHEMA DE MESURE DU RAYON DE FAISCEAU LASER  | 79 |
| FIGURE 3.9. PROFILS EXPERIMENTAUX ET AJUSTEMENT THEORIQUE SUR LES RESULTATS EXPERIMENTAUX DU FAISCEAU LASER GAUSSIEN   | 80 |
| FIGURE 3.10. DETECTIVITE SPECIFIQUE DE DIFFERENTS TYPES DE DETECTEUR INFRAROUGE  | 82 |
| FIGURE 3.11. DETECTIVITE SPECIFIQUE DES DETECTEURS VIGO PVM1-NTE   | 83 |
| FIGURE 3.12. SENSIBILITE DE LA PHOTODIODE FND-100  | 84 |
| FIGURE 3.13. SPECTRE DE TRANSMISSION DE LA LAME DE GERMANIUM   | 85 |
| FIGURE 3.14. SCHEMA DU SYSTEME OPTIQUE DE COLLECTION   | 85 |
| FIGURE 3.15. SCHEMA DE PRINCIPE DE L'AMPLIFICATEUR A DETECTION SYNCHRONES SR530  | 86 |
| FIGURE 3.16. SCHEMA EXPERIMENTAL DE VERIFICATION DES DEPHASAGES INTERNES DU DETECTEUR IR ET DE LA PHOTODIODE. ICI LE DETECTEUR IR EST SENSIBLE AU RAYONNEMENT LASER SEULEMENT (PAS DE CHAUFFAGE NOTABLE) | 89 |
| FIGURE 3.17. DEPHASAGES INTERNES DU DETECTEUR VIGO ET DE LA PHOTODIODE FND-100   | 90 |
| FIGURE 3.18. SCHEMA DE MESURE DU DEPHASAGE ENTRE LE SIGNAL SORTI DU LASER ET LE SIGNAL ELECTRIQUE DE REFERENCE   | 91 |

|   |     |
|---|-----|
| FIGURE 3.19. DEPHASAGE ENTRE LE SIGNAL SORTI DU LASER ET LE SIGNAL DU GENERATEUR ELECTRIQUE POUR DIFFERENTES VALEURS DE L'AMPLITUDE DU SIGNAL ELECTRIQUE  | 91  |
| FIGURE 3.20. AMPLITUDE DU SIGNAL SORTI DE LA PHOTODIODE POUR DIFFERENTES VALEURS DE L'AMPLITUDE DU SIGNAL ELECTRIQUE DU GENERATEUR DE FONCTION  | 92  |
| FIGURE 3.21. INFLUENCE SUR LE DEPHASAGE ET L'AMPLITUDE DE DIFFERENTES POSITIONS DU DETECTEUR IR PAR RAPPORT AU CENTRE DE FAISCEAU. MESURES EFFECTUEES AVEC LE DETECTEUR VIGO SUR UNE PLAQUE INOX 304L 400 $\mu$ M AVEC UN GRANDISSEMENT EGAL A 1                          | 93  |
| FIGURE 3.22. SCHEMA DE MESURE DU DEPHASAGE ENTRE LE SIGNAL THERMIQUE ET LE SIGNAL ELECTRIQUE DE REFERENCE   | 94  |
| FIGURE 3.23. DETERMINATION DE LA FREQUENCE AU DEPHASAGE MINIMAL   | 95  |
| FIGURE 3.24. DEPHASAGE DE L'INOX 304 L 3 CM D'EPaisseur   | 96  |
| FIGURE 4.1. SYSTEME D'AGRANDISSEUR DU FAISCEAU DE LASER   | 98  |
| FIGURE 4.2. EXEMPLE DE L'INCERTITUDE DE LA FREQUENCE AU DEPHASAGE MINIMUM DE TITANE 127 $\mu$ M   | 101 |
| FIGURE 4.3. EXEMPLE D'UN ECHANTILLON DE ZINC 508 $\mu$ M  | 102 |
| FIGURE 4.4. SCHEMA D'INSTALLATION DE LA MESURE DE TEMPERATURE   | 102 |
| FIGURE 4.5. ILLUSTRATION DE LA METHODE D'AJUSTEMENT DES PARAMETRES  | 103 |
| FIGURE 4.6. MESURES DU DEPHASAGE EN FONCTION DE LA FREQUENCE POUR 2 PLAQUES DE TITANE D'EPaisseurs 127 $\mu$ M ET 456 $\mu$ M ET COURBES D'AJUSTEMENT CORRESPONDANTES   | 105 |
| FIGURE 4.7. DEPHASAGE EN FONCTION DE LA FREQUENCE POUR UNE PLAQUE D'INOX 304L D'EPaisseur 400 $\mu$ M ET COURBES D'AJUSTEMENT CORRESPONDANTES   | 106 |
| FIGURE 4.8. DEPHASAGE EN FONCTION DE LA FREQUENCE POUR UNE PLAQUE DE FER D'EPaisseur 496 $\mu$ M ET COURBES D'AJUSTEMENT CORRESPONDANTES  | 107 |
| FIGURE 4.9. DEPHASAGE EN FONCTION DE LA FREQUENCE POUR NICKEL 100 $\mu$ M ET 506 $\mu$ M ET COURBES D'AJUSTEMENT CORRESPONDANTES  | 108 |
| FIGURE 4.10. DEPHASAGE EN FONCTION DE LA FREQUENCE POUR TUNGSTENE 315 $\mu$ M ET COURBES D'AJUSTEMENT CORRESPONDANTES   | 109 |
| FIGURE 4.11. ECHANTILLON DE ZINC 104 $\mu$ M  | 110 |
| FIGURE 4.12. DEPHASAGE EN FONCTION DE LA FREQUENCE POUR ZINC 508 $\mu$ M ET COURBES D'AJUSTEMENT CORRESPONDANTES  | 110 |
| FIGURE 4.13. DEPHASAGE EN FONCTION DE LA FREQUENCE POUR MOLYBDENE 210 $\mu$ M ET COURBES D'AJUSTEMENT CORRESPONDANTES   | 112 |
| FIGURE 4.14. COMPARAISON ENTRE LES VALEURS MESUREES ET LES VALEURS DE REFERENCE DE LA DIFFUSIVITE THERMIQUE <sup>85</sup> . LES COURBES EN TRAIT PLEIN REPRESENTENT LES VALEURS DE REFERENCE, LES POINTS CARRES REPRESENTENT $D_c$ ET LES POINTS Ronds REPRESENTENT $D_m$ | 114 |
| FIGURE 4.15. PHOTO D'ECHANTILLONS DE GAINES DE ZIRCALOY-4 (OXYDEE EN BAS) ET COMPARAISON ENTRE LE DIAMETRE DE LA GAIN, DE LA ZONE DE CHAUFFAGE ET DE LA ZONE COLLECTEE PAR LE DETECTEUR IR  | 115 |
| FIGURE 4.16. DEPHASAGE EN FONCTION DE LA FREQUENCE DE LA GAIN ZIRCALOY-4  | 116 |
| FIGURE 4.17. DEPHASAGE EN FONCTION DE LA FREQUENCE DE LA GAIN ZIRCALOY 4 AVEC COUCHE D'OXYDE  | 118 |
| FIGURE 4.18. COMPARAISON ENTRE LES RESULTATS EXPERIMENTAUX ET THEORIQUES DES GAINES ZIRCALOY-4 OXYDEES  | 119 |
| FIGURE 4.19. COMPARAISON ENTRE LES VALEURS MESUREES ET LES VALEURS DE REFERENCE DE LA DIFFUSIVITE THERMIQUE DE ZIRCALOY-4'  | 119 |
| FIGURE 4.20. COMPARAISON ENTRE LE DEPHASAGE RESULTANT D'UNE MESURE PONCTUELLE ET CELUI RESULTANT D'UNE MESURE SUR UNE SURFACE DE RAYON $R_D$  | 121 |

|  |     |
|--|-----|
| FIGURE 4.21. DIFFERENCE DE DEPHASAGE $\delta\varphi_{min}$ EN FONCTION DE L'EPAISSEUR DE L'ECHANTILLON DANS LE CAS D'UN FAISCEAU $R_0=1740\text{ }\mu\text{M}$ . | 122 |
| FIGURE 4.22. COMPARAISON ENTRE LA JUSTESSE DES VALEURS MESURES AVANT ET APRES L'OPTIMISATION DE LA MESURE DE L'EPAISSEUR   | 125 |
| FIGURE 4.23. COMPARAISON ENTRE LA JUSTESSE DES VALEURS MESURES AVANT ET APRES L'OPTIMISATION DE LA MESURE DE LA DIFFUSIVITE THERMIQUE                            | 125 |

# Liste des tableaux

|   |     |
|---|-----|
| TABLEAU 2.1. PARAMETRES DE TROIS ECHANTILLONS DONNANT UNE MEME COURBE DE DEPHASAGE EN FONCTION DE LA FREQUENCE (VOIR FIGURE 2.2)                | 41  |
| TABLEAU 2.2. PARAMETRES UTILISES POUR L'ANALYSE DE SENSIBILITE ET L'ETUDE MULTIPARAMETRIQUE. CAS D'UNE PLAQUE                                   | 44  |
| TABLEAU 2.3. PARAMETRES UTILISES POUR L'ANALYSE DE SENSIBILITE ET L'ETUDE MULTIPARAMETRIQUE. CONTACT THERMIQUE PARFAIT ENTRE COUCHE ET SUBSTRAT | 64  |
| TABLEAU 2.4. BILAN DES RESULTATS THEORIQUES   | 69  |
| TABLEAU 3.1. CARACTERISTIQUES DU LASER A FIBRE ML50-CWR-TKS   | 75  |
| TABLEAU 3.2. RAYON DU FAISCEAU LASER EN FONCTION DE LA PUISSANCE DU LASER   | 81  |
| TABLEAU 3.3. CARACTERISTIQUES DU DETECTEUR VIGO PVMI-3TE-10.6   | 83  |
| TABLEAU 3.4. CARACTERISTIQUES DE LA PHOTODIODE FND-100  | 84  |
| TABLEAU 3.5. QUELQUES CARACTERISTIQUES DE L'AMPLIFICATEUR A DETECTION SYNCHRONE SR530   | 87  |
| TABLEAU 4.1. CARACTERISTIQUES DES PLAQUES METALLIQUES   | 102 |
| TABLEAU 4.2. RESULTATS DES MESURES SUR LA PLAQUE DE TITANE  | 105 |
| TABLEAU 4.3. MESURE DE L'EPAISSEUR ET DE LA DIFFUSIVITE THERMIQUE D'INOX  | 106 |
| TABLEAU 4.4. MESURE DE L'EPAISSEUR ET DE LA DIFFUSIVITE THERMIQUE DE FER  | 107 |
| TABLEAU 4.5. MESURE DE L'EPAISSEUR ET DE LA DIFFUSIVITE THERMIQUE D'INOX  | 108 |
| TABLEAU 4.6. MESURE DE L'EPAISSEUR ET DE LA DIFFUSIVITE THERMIQUE DE TUNGSTENE  | 109 |
| TABLEAU 4.7. MESURE DE L'EPAISSEUR ET DE LA DIFFUSIVITE THERMIQUE DE ZINC   | 111 |
| TABLEAU 4.8. MESURE DE L'EPAISSEUR ET DE LA DIFFUSIVITE THERMIQUE DE MOLYBDENE  | 112 |
| TABLEAU 4.9. MESURE DE L'EPAISSEUR ET DE LA DIFFUSIVITE THERMIQUE DE LA GAINES ZIRCALLOY-4  | 117 |
| TABLEAU 4.10. MESURE DE L'EPAISSEUR ET DE LA DIFFUSIVITE THERMIQUE DE LA GAINES ZIRCALLOY 4 AVEC UNE COUCHE D'OXYDE                             | 118 |
| TABLEAU 4.11. RESULTATS DE LA MESURE D'EPAISSEUR ET DE LA DIFFUSIVITE THERMIQUE, SANS ET AVEC CORRECTION  | 123 |
| TABLEAU 4.11. RESULTATS DE LA MESURE D'EPAISSEUR ET DE LA DIFFUSIVITE THERMIQUE, SANS ET AVEC CORRECTION (CONTINUE)                             | 124 |

# Nomenclature

$\lambda$  – longueur d'onde du rayonnement, [m]  
 $c$  – vitesse de la lumière dans le vide, [m/s]  
 $h$  – constante de Plank, [J·s]  
 $K$  – constante de Boltzmann, [J/K]  
 $\varepsilon$  – émissivité de la surface  
 $D$  – diffusivité thermique, [m<sup>2</sup>/s]  
 $E$  – effusivité thermique, [Ws<sup>-0.5</sup>/m<sup>2</sup>K]  
 $k$  – conductivité thermique, [W/m·K]  
 $c$  – capacité calorifique massique, [J/kg·K]  
 $\rho$  – masse volumique [kg/m<sup>3</sup>]  
 $\alpha$  – coefficient d'absorption, [m<sup>-1</sup>]  
 $R_c$  - réflectivité  
 $L$  – épaisseur, [m]  
 $R$  – résistance thermique, [m<sup>2</sup>K·W<sup>-1</sup>]  
 $r_0$  – rayon du faisceau laser en 1/e intensité, [m]  
 $z$  – profondeur, [m]  
 $f$  – fréquence, [Hz]  
 $\varphi$  – phase, [°]  
 $T$  – température, K ou °C  
 $t$  – temps, [s]  
 $S_{x/\eta}$  – coefficient de sensibilité réduit

# Introduction

La connaissance des propriétés thermiques d'un matériau est de première importance dans de nombreux secteurs industriels: génie mécanique (résistance des matériaux à la variation de température), aéronautique (protection thermique), électronique (protection des capteurs), génie de procédé (modification des structure, des formes), métallurgie (fonderie, soudage, traitements thermiques), contrôle non-destructif (imagerie infrarouge)...La connaissance précise des propriétés thermiques permet d'évaluer au mieux le comportement en température et le transfert thermique dans les systèmes complexes.

Actuellement, la caractérisation des propriétés thermiques est très développée avec de nombreuses recherches et applications opérationnelles sur la mesure de la conductivité thermique, capacité calorifique, diffusivité thermique, effusivité thermique, résistance thermique... pour les matériaux isotropes, anisotropes, opaques, semi-transparents... sous forme de solide (plaque, cylindrique...) ou liquide. Parmi les nombreuses méthodes de caractérisation, nous nous intéresserons aux méthodes de mesure active non-destructives qui consistent à exciter l'échantillon par une source de chaleur de rayonnement électromagnétique, et à étudier l'élévation de température en collectant le rayonnement infrarouge émis par la surface. La technique s'appuie sur l'ajustement aux mesures expérimentales d'un modèle thermique multiparamétrique du chauffage. Les propriétés thermiques peuvent ainsi être mesurées. Ces informations sont aussi utilisées pour la détection de défaut ou la mesure de l'épaisseur de l'échantillon. Le choix de cette méthode s'explique par plusieurs avantages:

- le procédé est sans contact et à distance, ce qui peut permettre de réaliser des mesures in-situ,
- la détection synchrone permet d'obtenir, avec un bon rapport signal sur bruit et deux informations: l'amplitude et la phase du signal thermique.

Parmi les propriétés thermiques, la diffusivité thermique joue un rôle important dans le processus de transfert de chaleur; elle mesure l'aptitude d'un matériau à réagir à un changement de température. Nous cherchons une méthode qui peut mesurer à la fois la diffusivité thermique et l'épaisseur de l'échantillon pour contrôler par exemple leurs variations à long terme avec des applications possibles dans le domaine nucléaire.

Ce mémoire comporte quatre chapitres distincts présentant une étude bibliographique, une analyse théorique et l'application expérimentale.

Le premier chapitre présente l'étude bibliographique concernant les différentes méthodes non-destructives pour la caractérisation des propriétés thermiques d'un matériau.

Deux grandes catégories de techniques se distinguent, caractérisées par un chauffage impulsionnel ou modulé. Chaque technique présente des avantages et des inconvénients : le chauffage impulsionnel présente un avantage en terme de temps de mesure, alors que les méthodes de chauffage modulé apportent plus d'informations sur le signal thermique (amplitude et phase). La radiométrie photothermique modulée est la méthode retenue pour un bon rapport signal sur bruit.

Le deuxième chapitre présente l'étude théorique du déphasage. Après la présentation d'un modèle 3D pour le chauffage d'une couche sur un substrat avec la prise en compte de la résistance thermique de l'interface couche-substrat, les cas particuliers suivant sont étudiés : une plaque et une couche sur un substrat semi-infini. Dans le cas d'une plaque, la prise en compte de l'échange thermique avec l'environnement est aussi étudiée. Après des analyses de sensibilité et des études multiparamétriques, nous en déduisons des formules simples qui permettent de déterminer l'épaisseur et la diffusivité thermique d'une plaque. D'autres formules simples sont établies pour le cas d'un solide de grande épaisseur et celui d'une couche sur un substrat.

Le troisième chapitre présente le montage expérimental mise en œuvre pour la validation des mesures de l'épaisseur et de la diffusivité thermique. C'est un montage classique de la méthode radiométrie photothermique modulée. Les procédures de la calibration des dispositifs ainsi que les étapes de la mesure des paramètres d'épaisseur et de diffusivité thermique sont aussi présentés.

Le quatrième chapitre présente les résultats expérimentaux du déphasage pour différents matériaux et les mesures de l'épaisseur et de la diffusivité thermique qui en résultent. L'analyse des résultats a validé la méthode développée pour le cas d'une plaque. La méthode est ensuite appliquée au cas de gaines combustibles vierges et pré-oxydées pour lesquelles il est montré que la méthode de mesure de l'épaisseur et de la diffusivité thermique est toujours valable. De plus, les différences de déphasage constatées à haute fréquence pour différentes épaisseurs de couche d'oxyde permettent d'envisager la possibilité de caractériser ces couches d'oxydes.



# Chapitre 1. Etude bibliographique – caractérisation des propriétés de surface

|  |           |
|--|-----------|
| <b>1.1. PROPRIETES THERMIQUES ET DIFFERENTES METHODES DE CARACTERISATION</b>           | <b>16</b> |
| 1.1.1. PROPRIETES THERMIQUES   | 16        |
| 1.1.2. DIFFERENTES METHODES DE CARACTERISATION DES PROPRIETES THERMIQUES D'UN MATERIAU | 17        |
| 1.1.2.1. METHODES DE CARACTERISATION PAR CHAUFFAGE TRANSITOIRE                         | 17        |
| 1.1.2.2. METHODES DE CARACTERISATION PAR CHAUFFAGE MODULE                              | 20        |
| <b>1.2. RADIOMETRIE PHOTOTHERMIQUE MODULEE</b>   | <b>23</b> |
| 1.2.1. PHOTOTHERMIQUE - PHENOMENES THERMIQUES DU CHAUFFAGE PAR LASER                   | 25        |
| 1.2.1.1. CREATION DE LA SOURCE DE CHALEUR (CONVERSION DE RAYONNEMENT EN CHALEUR)       | 26        |
| 1.2.1.2. MECANISMES DE TRANSFERT DE LA CHALEUR PAR CONDUCTION                          | 27        |
| 1.2.1.3. DOMMAGE THERMIQUE   | 29        |
| 1.2.2. RADIOMETRIE - RAYONNEMENT THERMIQUE ET LA DETECTION                             | 29        |
| 1.2.2.1. CORPS NOIR  | 29        |
| 1.2.2.2. CORPS REELS   | 30        |
| 1.2.2.3. DETECTION DES ONDES THERMIQUES  | 31        |
| <b>1.3. DETECTION SYNCHRONES</b>   | <b>32</b> |
| <b>1.4. OBJECTIFS DE LA THESE</b>  | <b>33</b> |

Dans ce chapitre, nous allons étudier différentes méthodes existantes de caractérisation des propriétés thermiques d'un matériau pour en préciser les limites, les avantages et les inconvénients. La technique que nous avons choisi d'approfondir est la radiométrie photothermique modulée qui sera donc détaillée. Enfin nous précisons les objectifs de nos travaux.

## 1.1. Propriétés thermiques et différentes méthodes de caractérisation

### 1.1.1. Propriétés thermiques

Les différentes propriétés thermiques caractérisant les matériaux sont détaillées ci-dessous. Ce sont des grandeurs physiques qui dépendent toutes de la température.

➤ **Conductivité thermique  $k(Wm^{-1}K^{-1})$**

La conductivité thermique caractérise le transfert thermique par conduction en présence d'un gradient de température, qui s'exprime par la loi de Fourier  $q = -k \frac{dT}{dx}$  où  $q$  est le flux thermique ( $Wm^{-2}$ ),  $dT/dx$  est le gradient de température.

➤ **Capacité thermique ou capacité calorifique  $C(J/K)$**

La capacité thermique mesure la capacité d'un corps à absorber de l'énergie thermique. Elle représente l'énergie qu'il faut apporter à un corps pour augmenter sa température d'un kelvin:  $C = \frac{dQ}{dT}$ .

La capacité calorifique massique est exprimée par  $c = \frac{C}{m}$ , où  $m$  est la masse.

La capacité calorifique volumique est exprimée par  $\rho c = \frac{C}{V}$ , où  $\rho$  est la masse volumique et  $V$  le volume.

➤ **Diffusivité thermique  $D(m^2/s)$  :  $D = \frac{k}{\rho c}$**

La diffusivité thermique mesure la vitesse d'un matériau à réagir à un changement de température. Elle est le rapport entre la conductivité thermique et la capacité calorifique massique, donc elle augmente avec la capacité d'un corps à conduire la chaleur et diminue avec la quantité de chaleur nécessaire pour changer la température d'un corps.

➤ **Effusivité thermique**  $E(JK^{-1}m^{-2}s^{-1/2})$  :  $E = \sqrt{k \cdot \rho c}$

L'effusivité thermique mesure la capacité d'un matériau à échanger de l'énergie thermique avec l'environnement. Elle est la racine carrée du produit de la conductivité thermique et de la capacité calorifique massique. Comme la diffusivité thermique, l'effusivité thermique est une grandeur qui quantifie l'inertie thermique. À la différence de la diffusivité thermique qui décrit la rapidité du déplacement de la chaleur à travers un matériau, l'effusivité décrit la rapidité d'un matériau à absorber la chaleur.

## 1.1.2. Différentes méthodes de caractérisation des propriétés thermiques d'un matériau

Les méthodes de caractérisation d'un matériau s'appuient généralement sur l'étude théorique de la conduction thermique dans les solides réalisées par Carslaw et Jaeger<sup>1</sup>. A partir de cette théorie, plusieurs méthodes sont déduites pour différentes applications. Deux grandes catégories de méthodes de mesure des propriétés thermiques se distinguent par l'échelle temporelle du chauffage: transitoire ou périodique.

### 1.1.2.1. Méthodes de caractérisation par chauffage transitoire

La méthode, appelée méthode Flash, consiste à soumettre la face avant d'un échantillon à une impulsion de flux de chaleur de courte durée et à observer l'évolution temporelle de la température (appelée thermo-gramme) en face avant ou en face arrière (cf. figure 1.1-1.2). L'impulsion d'énergie peut être produite par une lampe, un flash ou un faisceau laser. La durée de l'impulsion doit être bien plus faible que le temps de propagation du flux thermique jusqu'à la face arrière de l'échantillon. Pour un échantillon parfaitement isolé (conditions adiabatiques), l'élévation de la température de la face arrière est due uniquement à la conduction et les températures de la face avant et de la face arrière tendent vers une valeur  $T_{lim}$  qui s'exprime en fonction d'un temps réduit  $\frac{Dt}{L^2}$  (le nombre de Fourier), où  $L$  est l'épaisseur de l'échantillon,  $t$  est le temps de chauffage.

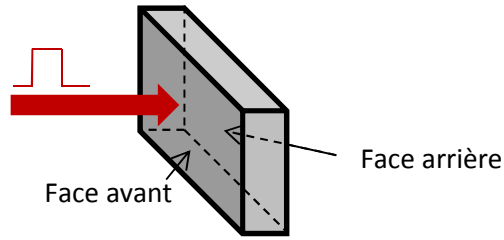


Figure 1.1. Chauffage impulsionnel

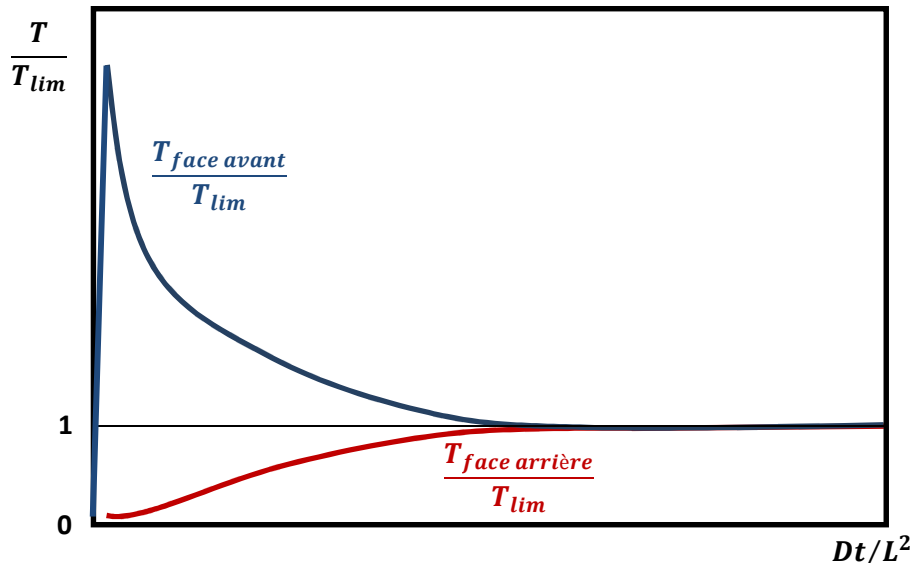


Figure 1.2. Réponses en température des faces avant et arrière à une impulsion flash sur la face avant

#### ➤ Méthode flash – face arrière

Proposée en 1961 par Parker et al.<sup>2</sup>, la méthode flash – face arrière permet la détermination de la diffusivité et de la capacité thermiques des matériaux solides, homogènes et isotropes; la conductivité thermique est le produit de la diffusivité et de la capacité thermiques. Deux formules simples ont été trouvées :

$$D = 1,39 \frac{L^2}{\pi^2 \cdot t_{1/2}} \quad (1-1)$$

$$\rho c = \frac{Q}{L \cdot T_{lim}} \quad (1-2)$$

Où : D,  $\rho c$  sont la diffusivité thermique et la capacité thermique volumique du matériau ; L est l'épaisseur ;  $t_{1/2}$  est le temps de demi-montée de la température sur la face arrière de l'échantillon (cf. figure 1.3) ;  $T_{lim}$  est la température limite de la face arrière ; Q est la quantité totale d'énergie absorbée par unité de surface de la face avant (l'absorption en face avant doit être homogène).

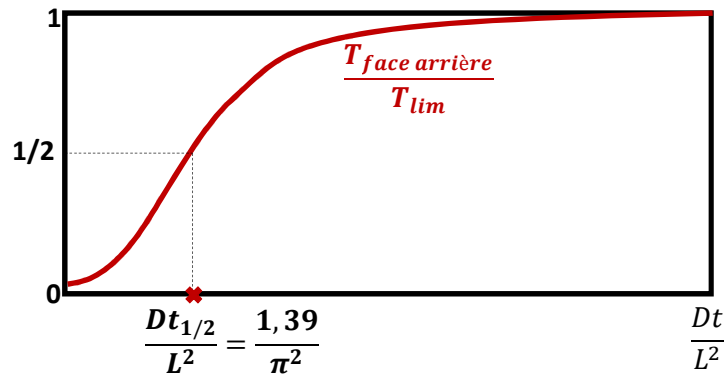


Figure 1.3. Elévation de la température de face arrière (vers la température limite)

La détermination de la capacité thermique (eq. 1-2) est délicate, car la mesure de la quantité d'énergie absorbée est très difficile. De plus, la température limite n'existe pas dans le cas réel mais c'est plutôt une température maximale qui est identifiée.

En revanche, la mesure de la diffusivité thermique (eq. 1-1) est la méthode la plus connue et la plus utilisée grâce à sa simplicité, sa précision et sa fiabilité. Cette méthode de laboratoire, qui peut être mise en œuvre simplement et éventuellement sans contact, est de plus en plus utilisée comme outil de contrôle industriel. Elle a fait l'objet de nombreuses études sur les méthodes de calcul et d'estimation de paramètres, les capteurs, les dispositifs d'acquisition et de traitement des données:

- effet du coefficient d'échange thermique avec l'environnement sur la réponse en température<sup>3,4,5,6</sup>. L'effet de la perte de chaleur peut être minimisé par un chauffage impulsionnel périodique<sup>7</sup>.
- l'étude de l'effet de la durée finie de l'impulsion<sup>8,9,10</sup> a conclu que la méthode flash est efficace si la durée d'impulsion est courte par rapport au temps de réponse thermique et il existe une épaisseur optimale pour un matériau donné.
- le problème de la non-uniformité du flux incident est identifié par exemple dans le cas d'une excitation par laser<sup>11,12,13,14</sup>
- étude des propriétés thermiques des matériaux monocouches, anisotropes<sup>15,16,17</sup>.
- études des matériaux multicouches<sup>18</sup> et matériaux semi-transparents<sup>19</sup>.

Un inconvénient de cette technique est que la mesure radiométrique de la température nécessite de connaître précisément l'émissivité du matériau, qui est en général inconnue. De plus c'est une méthode de laboratoire qui demande l'accès aux 2 surfaces avant et arrière de l'échantillon.

### ➤ Méthode flash – face avant

Proposée en 1976 par Gartsman et al<sup>18</sup>, et ensuite développée et appliquée par Leung et Tam<sup>20,21</sup>, la méthode flash - face avant permet également de déterminer la diffusivité thermique. Cette méthode s'appuie sur le temps caractéristique  $t_c$  qui est à l'intersection des deux asymptotes (cf. figure 1.4) : l'une est aux temps courts et l'autre est aux temps longs (le signal est considéré stationnaire à  $T_{lim}$ ). La diffusivité thermique peut être calculée par la formule suivante :

$$D = \frac{L^2}{\pi t_c} \quad (1-3)$$

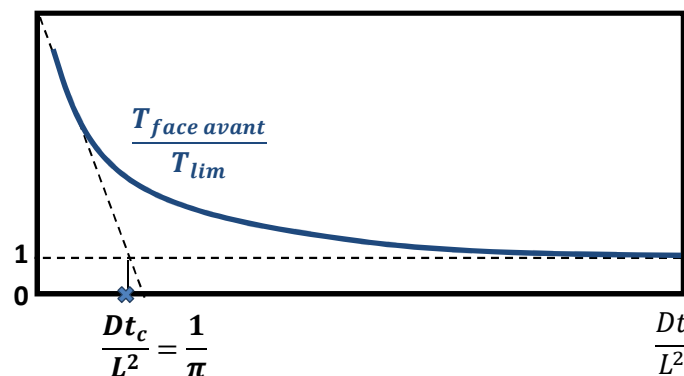


Figure 1.4. Chute de la température de face arrière (vers la température limite)

Il faut remarquer que le temps  $t_c$  est très court ( $\ll t_{1/2}$  temps de demi-montée de la température sur la face arrière), donc le signal thermique obtenu est très peu fiable et cela peut poser des difficultés pour les analyses expérimentales<sup>22</sup>. A cause de ce problème, la méthode flash – face avant est moins développée que la méthode flash – face arrière.

### 1.1.2.2. Méthodes de caractérisation par chauffage modulé

Le principe commun à ces techniques consiste à chauffer l'échantillon par une stimulation énergétique modulée et à étudier les rayonnements thermiques qui sont émis par cet échantillon chauffé. En régime stationnaire, la réponse thermique de l'échantillon est également décrite par un signal modulé dont l'amplitude et la phase dépendent de la fréquence de la stimulation énergétique (cf. figure 1.5). L'amplitude et la phase de cette onde thermique sont mesurées sur une petite zone chauffée au moyen d'un détecteur infrarouge et d'un amplificateur à détection synchrone.

L'avantage des techniques s'appuyant sur le chauffage modulé est que la phase ne dépend ni de la réflectivité, ni de l'émissivité du matériau, ni de la puissance du chauffage. Un inconvénient est que le temps de mesure est plus long que la méthode flash car c'est une

méthode résolue en fréquence (elle demande la mesure du déphasage à plusieurs fréquences) et de plus il faut attendre un certain temps pour que la réponse thermique de l'échantillon atteigne le régime stationnaire.

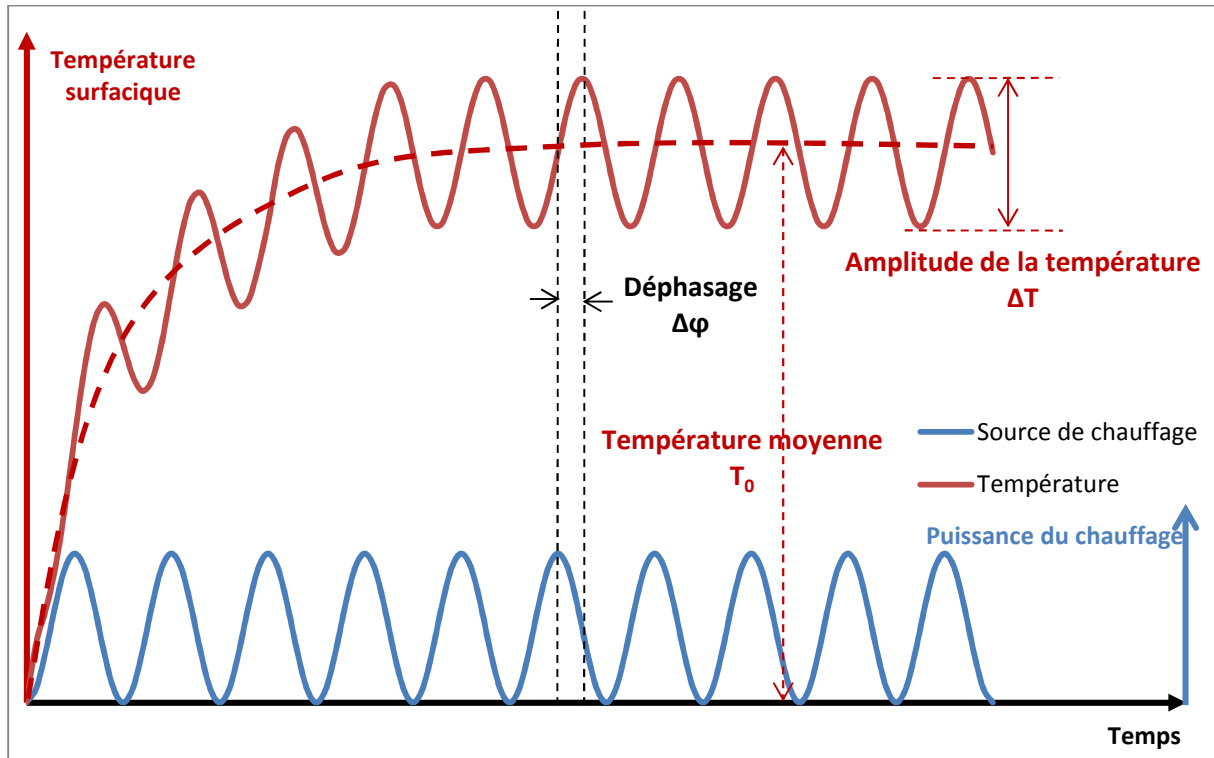


Figure 1.5. Variation de la température surfacique sous une source de chauffage modulée

La méthode de chauffage modulé a été utilisée tout d'abord par Angström en 1861<sup>23</sup> pour déterminer la conductivité thermique d'une barre cylindrique dans l'air ambiant: une source de chauffage périodique est appliquée sur un côté de la barre, l'autre côté est chauffé par la conduction. Deux thermocouples sont mis en deux points différents suivant la direction longitudinale de la barre pour mesurer l'amplitude et le déphasage entre ces deux points. La conductivité thermique  $k$  de la barre peut être déterminée par la formule suivante :

$$k = \frac{\rho c \cdot \pi \cdot f \cdot (x_2 - x_1)^2}{(\phi_2 - \phi_1) \cdot \ln\left(\frac{A_1}{A_2}\right)} \quad (1-4)$$

Où :  $k$  est la conductivité thermique,  $\rho$  est la masse volumique,  $c$  est la capacité thermique volumique,  $f$  est la fréquence.  $x_1$ ,  $x_2$ ,  $\phi_1$ ,  $\phi_2$ ,  $A_1$ ,  $A_2$  sont respectivement la position, la phase et l'amplitude des deux points mesurés.

A partir de la formule ci-dessus, la diffusivité thermique peut être déterminée ( $D=k/\rho c$ ), mais lors des travaux d'Angstrom, la diffusivité thermique n'est pas encore connue comme une propriété thermique, elle n'est définie par Kelvin qu'en 1880. La méthode

d'Angstrom est démontrée analytiquement en 1961 par Cowan<sup>24</sup> : il a montré que le chauffage sinusoïdal est plus efficace que le chauffage rectangulaire ou d'échelon, la diffusivité thermique peut être déterminée en connaissant le déphasage entre le signal thermique de la face avant (face de chauffage) et celui de la face arrière de l'échantillon. Cette méthode est particulièrement adaptée pour les faibles conducteurs ( $D < 0,1 \text{ cm}^2/\text{s}$ ) à haute température ( $> 1000 \text{ K}$ ). L'apport d'énergie par rayonnement demande que le matériau soit opaque.

Depuis, plusieurs méthodes utilisant le chauffage modulé ont été développées, essentiellement pour la détermination des propriétés thermiques et la détection de défauts, mais aussi pour la détermination de l'épaisseur. Nous donnons ci-dessous quelques exemples de caractérisation :

#### ➤ **Détection de défauts**

En 1968, Edward J. Kubiak<sup>25</sup> a introduit la méthode des ondes thermiques qui permet de localiser, en temps réel, la position et l'étendue de fissures dues à la fatigue dans les cellules d'avion; c'est aussi une méthode sans contact et non destructive. Cette technique réalise un balayage à vitesse constante de la source de chauffage, chaque point sur la surface de l'échantillon reçoit une même quantité d'énergie dans une même période de temps, donc la température sera la même pour tous les points non endommagés. Une fissure fait augmenter la température rapidement car l'écoulement de chaleur depuis la zone chauffée n'est plus omnidirectionnel, la fissure représente une restriction au flux de chaleur.

En 1880, A.G.Bell a découvert le signal acoustique lorsqu'un solide est chauffé par une source de chaleur modulée. En 1976, A. Rosencwaig et A. Gersho<sup>26</sup> ont introduit la théorie de l'effet photo-acoustique sur des matières solides avec un modèle thermique 1D pour une plaque (transparente ou opaque). Lorsqu'une source de chaleur modulée est absorbée par un solide dans une cellule fermée, un signal acoustique qui dépend des paramètres optiques, thermiques et géométriques du système est produit dans la cellule. En utilisant ce signal photo-acoustique, les applications à la détection des défauts ont été développées<sup>27,28</sup>.

Une technique pour extraire des informations thermiques à partir du signal photo-acoustique résultant des interférences produites par l'onde thermique est proposée en 1982<sup>29</sup>. Si l'épaisseur de l'échantillon est comparable ou inférieure à la longueur de diffusion thermique, l'onde thermique dans l'échantillon produit des réflexions multiples sur les deux surfaces et l'interférence produite aura une incidence sur l'amplitude des ondes transmises. Cette interférence est ensuite utilisée pour la détection de défauts et la mesure d'épaisseur de revêtements<sup>30</sup>.



### ➤ **Mesure des propriétés thermiques**

Toujours en utilisant la méthode photo-acoustique, les valeurs de la diffusivité thermique et de l'effusivité thermique des matériaux ont été déterminées à partir de la phase et l'amplitude du signal photo-acoustique en fonction de la fréquence pour plusieurs types de plaques métalliques minces<sup>31,32,33</sup>.

La diffusivité thermique d'une couche mince liée à un substrat transparent peut être mesurée à partir de la phase des ondes thermiques qui sont détectées par interférométrie à partir de la réflectance modulée du substrat<sup>29</sup>. Cette technique est utilisée pour déterminer la diffusivité thermique de polymère de 5µm d'épaisseur<sup>34</sup>, ou de couches d'alumine, de zirconium, et de chrome d'épaisseurs situées entre 50 et 100 µm<sup>35</sup>.

La diffusivité thermique des films minces (semi-conducteurs poly-cristallins et semi-conducteurs de polymère) est aussi mesurée par effet mirage<sup>36</sup>. Pour ces matériaux, la mesure est réalisée par la détermination de la différence entre deux mesures de phase, en faces avant et arrière.

### ➤ **Détermination de l'épaisseur**

En utilisant la théorie de l'effet photo-acoustique, l'épaisseur d'une couche mince située entre un bloc d'aluminium et d'une feuille d'aluminium noirci de 0,5 mm d'épaisseur est déterminée<sup>37</sup>.

La radiométrie photothermique a été utilisée pour déterminer l'épaisseur d'un revêtement sur un substrat<sup>38</sup>. Cette méthode fait appel à la fois à la fréquence où se trouve la courbure maximum sur la courbe de l'amplitude en fonction de la fréquence, et à la fréquence de la pente maximale sur la courbe de déphasage en fonction de la fréquence. La technique est valable quelles que soient les propriétés du matériau du substrat, mais est plus précise lorsque celles-ci diffèrent sensiblement de celles du revêtement.

Parmi les méthodes photothermiques<sup>39</sup> (photo-acoustique<sup>40,41</sup>, radiométrie photothermique<sup>42,43</sup> et photo-pyro-électrique<sup>44,45,46</sup>), la méthode de radiométrie photothermique modulée qui utilise l'émission infrarouge est largement utilisée pour la mesure de la diffusivité thermique. Cette méthode de radiométrie photothermique modulée est présentée dans le paragraphe suivant.

## **1.2. Radiométrie photothermique modulée**

Le montage expérimental associé à la méthode de radiométrie photothermique modulée est présenté sur la figure 1.6. Il comprend, outre l'échantillon à caractériser, trois éléments principaux: une source de chauffage de l'échantillon (par exemple: un laser), un

détecteur infrarouge pour collecter le signal thermique de l'échantillon et un dispositif pour traiter le signal thermique (par exemple: un amplificateur à détection synchrone). Le signal thermique est caractérisé par une amplitude et une phase par rapport au signal de la source de chauffage. A partir de ces deux informations, les propriétés thermiques et l'épaisseur de l'échantillon peuvent être déterminées.

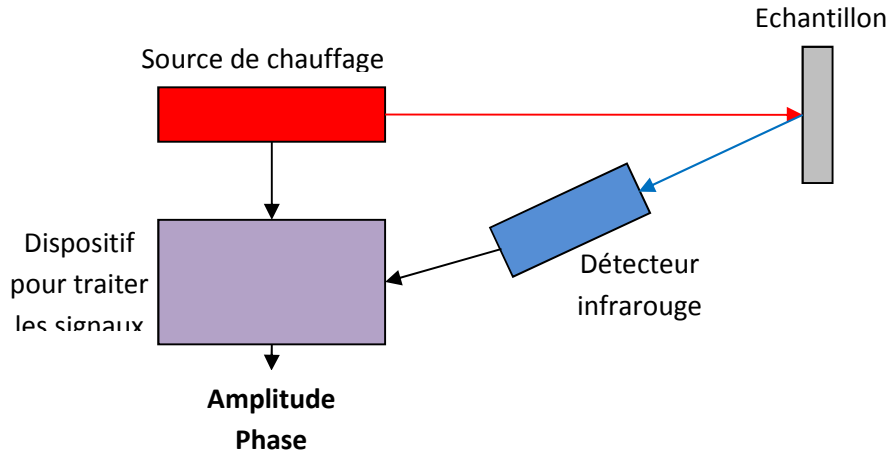


Figure 1.6. Montage associé à la radiométrie photothermique modulée

Le terme radiométrie photothermique est introduit par Nordal, P.E., and Kanstad, S.O.<sup>42</sup> en 1979 à l'occasion de la résolution du problème de détection de faible flux thermique ( $\delta T < 0,1K$ ).

Pour le chauffage modulé, plusieurs modèles thermiques ont été développés avec différentes géométries de l'échantillon, différents chauffages (1D<sup>26,47,48,49,50,51</sup>, 3D<sup>52,53,54,55,56,57</sup>), différentes conditions aux limites (sans ou avec échange thermique, avec résistance thermique entre couche et substrat...). Un des premiers modèles 3D a été développé pour un échantillon homogène, avec des propriétés optiques et thermiques spatialement uniformes, qui est chauffé par un laser gaussien<sup>58</sup>. L'amplitude de la température surfacique peut être exprimée sous la forme suivante:

$$T(r) = \int_0^{\infty} \frac{I_0 r_0^2}{2 \exp\left(-\frac{\xi^2 r_0^2}{4}\right)} \frac{\xi}{k \sqrt{\xi^2 + \frac{2i\pi f}{D}} \left(1 + \alpha^{-1} \sqrt{\xi^2 + \frac{2i\pi f}{D}}\right)} J_0(\xi r) d\xi \quad (1-5)$$

Pour une plaque thermiquement épaisse  $L \gg \sqrt{\frac{D}{\pi f}}$

Où :

$\alpha$ ,  $k$ ,  $D$  et  $L$  sont respectivement le coefficient d'absorption, la conductivité thermique, la diffusivité thermique et l'épaisseur de l'échantillon

$r_0$  est le rayon du faisceau laser en 1/e intensité

$J_0$  est le 1<sup>er</sup> ordre de la fonction de Bessel de première espèce

$r$  est la distance radiale à partir du centre de la zone chauffée de l'échantillon

La radiométrie photothermique modulée a été utilisée pour la mesure de la diffusivité thermique du solide en utilisant la relation linéaire entre la phase et la direction radiale<sup>56,59,60,61,62,63,64</sup> :

$$m_\phi = -\sqrt{\pi \cdot f / D} \quad (1-6)$$

où  $m_\phi$  est la pente de la phase de la température surfacique

Les résultats des mesures montrent que les principales erreurs systématiques sont associées à la résolution spatiale de l'appareil, aux pertes de chaleur vers l'air environnant par convection et rayonnement.

La mesure de la diffusivité thermique est ensuite élargie aux matériaux anisotropes<sup>65</sup> et aux échantillons semi-transparents<sup>66</sup>. La conductivité thermique peut-être aussi déterminée dans le cas d'une couche mince (1 $\mu$ m) isotrope<sup>67,68</sup> ou anisotrope<sup>69</sup>.

Les techniques de caractérisation des couches sur un substrat sont aussi développées<sup>70,71,72,73</sup> pour contrôler l'épaisseur des couches ou mesurer le temps de diffusion thermique, le coefficient de réflexion thermique et le rapport des effusivités thermiques de la couche et du substrat.

Les différents éléments et phénomènes que le modèle doit considérer sont décrits dans les paragraphes suivants.

### 1.2.1. Photothermique - Phénomènes thermiques du chauffage par laser

Le laser permet un transfert de chaleur par rayonnement. Le rayonnement est un mode d'échange d'énergie par émission et absorption de radiations électromagnétiques suivant le processus (cf. figure 1.7) :

- Emission : Il y a conversion de l'énergie fournie à la source en énergie électromagnétique (ou rayonnement)
- Transmission : La transmission de cette énergie électromagnétique se fait par propagation des ondes avec éventuellement absorption par le milieu traversé.
- Réception : A la réception, il y a conversion du rayonnement électromagnétique incident en énergie thermique (absorption).

Lors de l'interaction entre laser et matière, trois phénomènes thermiques sont identifiés: la création de la source de chaleur, le transfert de chaleur par conduction et le

dommage thermique. On se place dans des conditions où ce dommage n'a justement pas lieu.

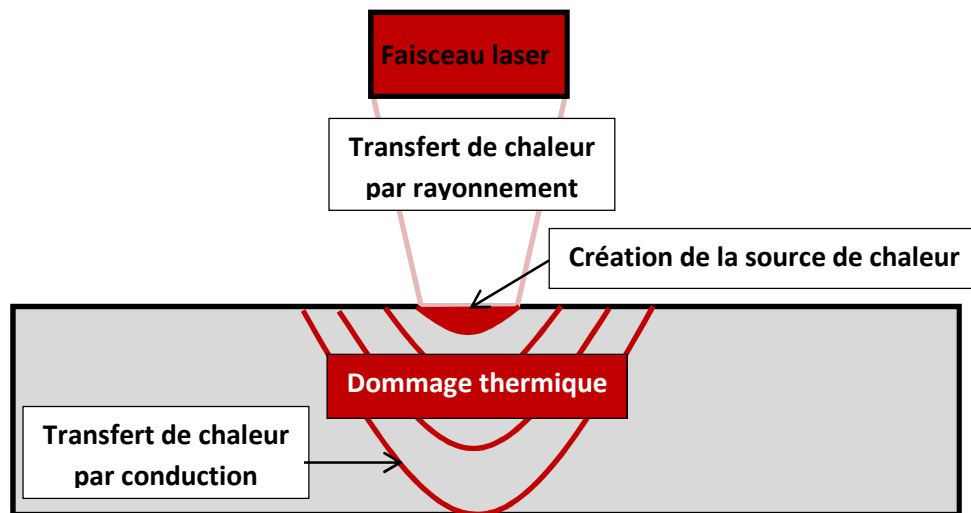


Figure 1.7. Phénomènes mis en jeux lors du chauffage par laser

#### 1.2.1.1. Création de la source de chaleur (conversion de rayonnement en chaleur)

La source de chaleur est induite par conversion de la lumière (ou rayonnement) laser en chaleur (cf. figure 1.8). Une partie de l'énergie incidente est absorbée par le corps et le chauffe. Le reste de l'énergie est réfléchi à la surface ou transmis dans le matériau. Dans le cas présent, l'absorption est quasiment totale en surface, et il n'y a pas de transmission de rayonnement, la chaleur est transmise par conduction.

$$\text{flux incident} = \text{flux réfléchi} + \text{flux absorbé} + \text{flux transmis}$$

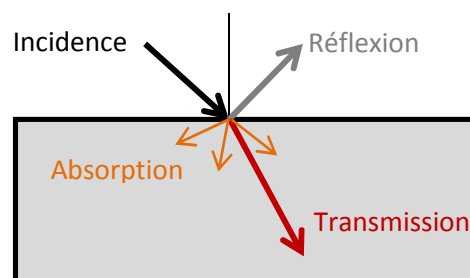


Figure 1.8. Réflexion, transmission et absorption du rayonnement

##### Absorption :

L'absorption provoque une décroissance de l'intensité de la lumière avec la profondeur, déterminée par le coefficient d'absorption  $\alpha$  du matériau. En général,  $\alpha$  est une

fonction de la longueur d'onde et de la température. Pour  $\alpha$  constante, l'intensité  $I$  décroît exponentiellement avec la profondeur  $z$  en fonction de la loi de Beer-Lambert :  $I = I_0 e^{-\alpha z}$ , où  $I_0$  est l'intensité en surface après la perte par réflexion. La pénétration optique ou la profondeur d'absorption est définie par  $\delta = 1/\alpha$ , qui est la profondeur à laquelle l'intensité de la lumière transmise décroît à  $1/e$  de sa valeur initiale à l'interface.

### 1.2.1.2. Mécanismes de transfert de la chaleur par conduction

Le transfert de chaleur<sup>74</sup> dans la matière est essentiellement assuré par le mécanisme de conduction, car l'influence de la convection est négligeable.

#### Lois de Fourier:

Sous un gradient thermique  $\overrightarrow{gradT}$ , la quantité de chaleur  $d^2Q$  qui traverse une surface  $dS$  dans le sens de la normale  $\vec{n}$  pendant un temps  $dt$  est donnée par la loi de Fourier (cf. figure 1.9) :

$$\text{Quantité de chaleur} \quad d^2Q = -k \overrightarrow{gradT} \cdot \vec{n} dS dt \quad (1-7)$$

$$\text{Flux de chaleur} \quad d\Phi = \frac{d^2Q}{dt} = -k \overrightarrow{gradT} \cdot \vec{n} dS \quad (1-8)$$

$$\text{Densité de flux de chaleur} \quad d\phi = \frac{d^2Q}{dS dt} = -k \overrightarrow{gradT} \cdot \vec{n} \quad (1-9)$$

Où :  $k$  est la conductivité thermique de matériau ( $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ). Le signe  $-$  signifie que le flux chaleur progresse dans le sens opposé du gradient thermique, c'est-à-dire des hautes températures vers les basses températures.

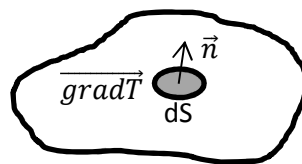


Figure 1.9. Transfert thermique par conduction

#### Equation de la chaleur:

Rappel du premier principe de la Thermodynamique :

$$\Delta E = \Delta E_c + \Delta E_p + \Delta U = W + Q \quad (1-10)$$

$\Delta E$  est la variation totale d'énergie du système

$\Delta U$  est la variation de l'énergie interne du système (énergies cinétiques et potentielles microscopiques des particules qui le constituent)

$\Delta E_c$  est la variation de l'énergie cinétique à l'échelle macroscopique (mouvement du système dans un référentiel donné).

$\Delta E_p$  est la variation de l'énergie potentielle à l'échelle macroscopique, du système en interaction avec des champs gravitationnels ou électromagnétiques.

$W$  est la partie de l'énergie qui correspond au travail de transfert d'énergie entre le milieu extérieur et le système.

$Q$  est la quantité d'énergie mise en jeu sous forme de chaleur (conduction thermique, convection, rayonnement).

Considérons un champ de température  $T$  dans un volume  $V$  limité par une surface  $S$  de normale  $\vec{n}$  d'un corps de masse volumique et capacité calorifique volumique  $\rho c$ , conductivité thermique  $k$ . Dans le cas d'un transfert par conduction pendant un intervalle de temps  $dt$ , les termes de l'équation (4) peut-être écrits sous les formes suivantes :

$$Q = \iint_S -d\phi dS dt = \iiint_V \text{div} \left( k \overrightarrow{\text{grad} T} \right) dV dt \quad (1-11)$$

$$\Delta U - W = \iiint_V \rho c \frac{\partial T}{\partial t} dV dt \quad (1-12)$$

$$\Delta E_p = - \iiint_V P dV dt \text{ avec } P \text{ est la densité volumique de l'énergie du laser} \quad (1-13)$$

$$\Delta E_c = 0 \quad (1-14)$$

En remplaçant les équations de (1-11) à (1-14) dans (1-10), on obtient :

$$\Rightarrow \iiint_V \text{div} \left( k \overrightarrow{\text{grad} T} \right) dV dt = - \iiint_V P dV dt + \iiint_V \rho c \frac{\partial T}{\partial t} dV dt \quad (1-15)$$

$$\Rightarrow \text{div} \left( k \overrightarrow{\text{grad} T} \right) + P = \rho c \frac{\partial T}{\partial t} \quad (1-16)$$

Pour un matériau isotrope, homogène:

$$\Rightarrow k \text{div} \left( \overrightarrow{\text{grad} T} \right) + \overrightarrow{\text{grad} k} \cdot \overrightarrow{\text{grad} T} + P = \rho c \frac{\partial T}{\partial t} \quad (1-17)$$

En coordonnées cartésiennes, l'équation de la chaleur est écrite sous la forme:

$$-k \left( \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \right) + \frac{dk}{dT} \left( \left( \frac{\partial T}{\partial x} \right)^2 + \left( \frac{\partial T}{\partial y} \right)^2 + \left( \frac{\partial T}{\partial z} \right)^2 \right) + P = \rho c \frac{\partial T}{\partial t} \quad (1-18)$$

Si la conductivité thermique est constante, l'équation de la chaleur en coordonnées cylindriques est écrite sous la forme:

$$-k \left( \frac{\partial^2 T}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial T}{\partial r} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 T}{\partial \theta^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \right) + P = \rho c \frac{\partial T}{\partial t} \quad (1-19)$$

### 1.2.1.3. Dommages thermiques

Trois types de dommages thermiques peuvent être identifiés :

- Changement irréversible des propriétés thermiques du matériau
- Création de couche oxyde
- Changement de forme

## 1.2.2. Radiométrie - Rayonnement thermique et la détection

Tous les corps, quel que soit leur état, solide, liquide ou gazeux, émettent un rayonnement de nature électromagnétique. Le rayonnement se propage dans l'espace libre à la vitesse de la lumière.

### 1.2.2.1. Corps noir

C'est un corps qui absorbe toutes les radiations qu'il reçoit indépendamment de son épaisseur, de sa température, de l'angle d'incidence et de la longueur d'onde du rayonnement incident.

Propriétés du corps noir :

- Tous les corps noirs rayonnent de la même manière.
- Le corps noir rayonne plus que le corps non noir à la même température.

#### Loi de Planck :

Cette loi définit la luminance énergétique monochromatique  $L_{\lambda,T}^0$  d'un corps noir en fonction de la longueur d'onde  $\lambda$  et de sa température absolue  $T$  (cf. figure 1.10):

$$L_{\lambda,T}^0 = \frac{2 h c^2}{\lambda^5} \frac{1}{\exp\left(\frac{h c}{k \lambda T}\right) - 1} \quad (1-20)$$

Où:

$c = 299\,792\,458$  m/s (vitesse de la lumière dans le vide)

$h = 6,626\,17 \times 10^{-34}$  J.s (constante de Planck)

$k = 1,380\,66 \times 10^{-23}$  J/K (constante de Boltzmann)

$T$  est la température de la surface du corps noir en Kelvin

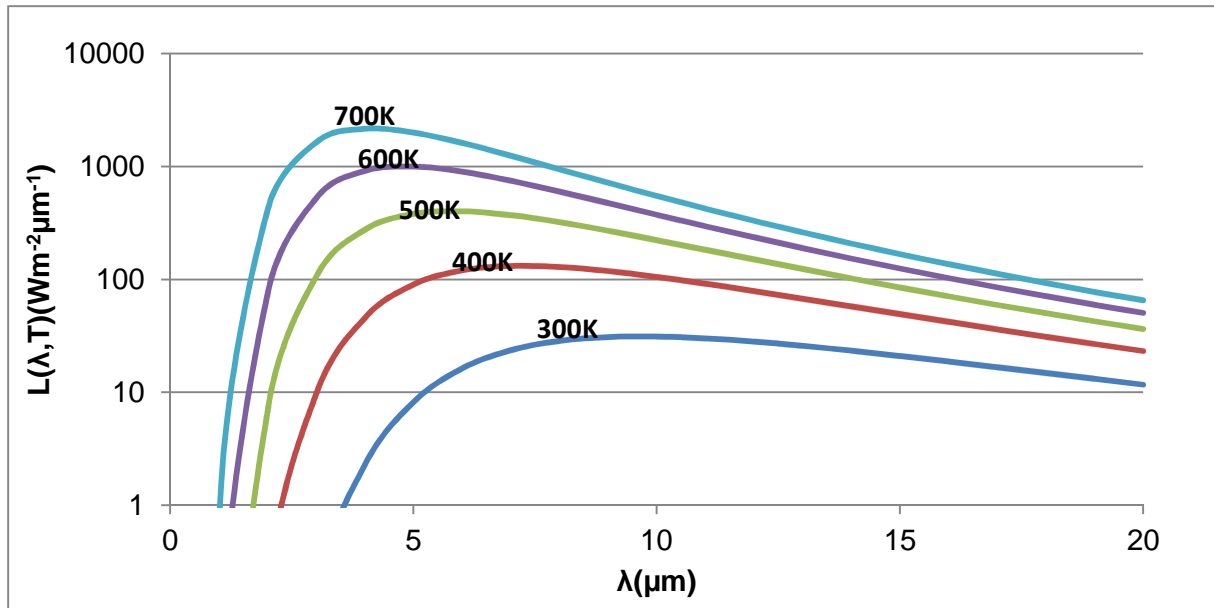


Figure 1.10. Luminance énergétique monochromatique du corps noir

#### Lois de Wien :

$$\lambda_{max} T = 2898 \mu m.K \quad (1-21)$$

$$L_{\lambda_{max},T}^0 = 1,28 \cdot 10^{-5} T^5 \quad (1-22)$$

Cette loi montre que la longueur d'onde d'émission maximale  $\lambda_{max}$  se déplace vers les courtes longueurs d'onde lorsque la température s'élève

**Loi de Stefan-Boltzmann :** elle donne l'exittance énergétique  $M_T^0$  du corps noir, à partir de l'intégration de la loi de Planck sur toutes les longueurs d'onde :

$$M_T^0 = \sigma T^4 \quad (1-23)$$

Avec  $\sigma = 5,67 \cdot 10^{-8} Wm^{-2} K^{-4}$

### 1.2.2.2. Corps réels

#### Facteur d'émission ou émissivité :

L'émissivité monochromatique ou totale est définie par le rapport entre la luminance d'un corps réel et celle du corps noir à la même température:

$$\epsilon_{\lambda,T} = \frac{L_{\lambda,T}}{L_{\lambda,T}^0} \quad ; \quad \epsilon_T = \frac{M_T}{M_T^0} \quad (1-24)$$

où  $L_{\lambda,T}$  et  $M_T$  sont la luminance énergétique monochromatique et l'exittance énergétique d'un corps réel.



L'émissivité caractérise la propriété émissive d'un corps réel par rapport à la propriété émissive d'un corps noir dans les mêmes conditions de température et de longueur d'onde et est toujours inférieure à 1:  $\epsilon < 1$

L'émissivité des corps réels dépend de :

- la nature physique de la surface (diélectrique ou conductrice)
- l'état de surface (défaut de planéité, rugosité,...)
- l'état chimique de cette surface (oxydation, graisse, peinture...).

### 1.2.2.3. Détection des ondes thermiques

La température en tout point de la surface est détectée par l'émission infrarouge à partir d'une petite zone, idéalement un point, déplacée latéralement à partir du point d'excitation. Dans une première approximation, la loi de Stefan-Boltzmann peut être utilisée pour calculer:

$$W = \epsilon \sigma T^4 \quad (1-25)$$

où  $W$  est la puissance du rayonnement émis par unité de surface de l'échantillon à la température  $T$ . Au premier ordre, une faible variation de température,  $\delta T$ , donne lieu à un changement dans le rayonnement émis:

$$\delta W = 4\epsilon \sigma T^3 \delta T \quad (1-26)$$

Le signal détecté,  $S$ , peut alors être considéré comme proportionnel à  $\delta W$ , soit

$$\delta S = \zeta \delta T \quad (1-27)$$

où  $\zeta$  est une constante de proportionnalité qui dépend de la température  $T$  et de divers paramètres optiques, thermiques et instrumentaux.

#### ➤ Détecteur infrarouge

Les détecteurs infrarouges sont les capteurs qui convertissent l'énergie lumineuse en énergie électrique. Pour la détection du rayonnement thermique (énergie lumineuse), plusieurs types de détecteurs sont proposés dans le commerce. Deux grandes catégories de détecteurs apparaissent: détecteur thermique et détecteur photonique<sup>75,76</sup>.

Le détecteur thermique convertit indirectement les photons en électrons: les photons de lumière sont absorbés par un matériau, en augmentent la température, et ainsi en modifient les propriétés électriques. Le signal lumineux est donc converti en signal électrique. L'inconvénient de ce type de détecteur est que le temps de réponse est relativement long à cause des phénomènes thermiques. On distingue trois types de détecteurs thermiques: thermopiles, bolomètres et pyroélectriques.

- Une thermopile est formée de plusieurs thermocouples. Chaque thermocouple est composé de deux conducteurs soudés en V. La tension électrique est créée par effet thermoélectrique.
- Un bolomètre est sensible à la variation de résistivité d'un matériau qui dépend de la variation de température.
- Un pyroélectrique est constitué d'un cristal isolant dont la maille n'a pas de centre de symétrie. Le fonctionnement dépend de la variation de la polarisation électrique spontanée avec la température.

Les détecteurs photoniques convertissent directement les photons en électrons, donc le temps de réponse est plus rapide que celui des détecteurs thermiques. On distingue trois types de détecteurs photoniques: photoémissif, photoconducteur et photovoltaïque.

- Un photoémissif est constitué d'un matériau (semi-conducteur ou métal) placé dans le vide. Les électrons sont éjectés du matériau par effet photoélectrique externe.
- Un photoconducteur est constitué d'un matériau semi-conducteur intrinsèque. Les électrons sont libérés au sein du matériau par effet photoélectrique interne qui modifie la conductivité électrique du matériau.
- Un photovoltaïque est constitué d'un matériau semi-conducteur inhomogène. Les électrons sont libérés au sein du matériau par effet photoélectrique interne qui modifie la barrière de potentiel de la jonction.

### 1.3. Détection synchrone

Le signal sorti du détecteur infrarouge est souvent très faible et noyé dans le bruit, donc il faut une technique pour extraire le signal utile du bruit. Parmi les méthodes analogiques, la détection synchrone<sup>77</sup> est une technique très efficace.

Le fonctionnement d'un amplificateur à détection synchrone s'appuie sur la décomposition du signal d'entrée en ses composantes de Fourier et sur l'orthogonalité des fonctions sinusoïdales. Le signal d'entrée est multiplié par le signal de référence qui a une fréquence stable et intégré pendant un temps déterminé, généralement de l'ordre de quelques secondes. Le signal résultant est un signal de courant continu, où tous les signaux qui n'ont pas la même fréquence que le signal de référence sont atténués à zéro par un filtre passe-bas. Seule la composante de même fréquence que le signal de référence, soit la composante synchrone, est détectée.

Sous forme d'équation, considérons que le signal d'entrée est un spectre de plusieurs fréquences  $f_i$ , le signal est sous forme:  $S_{entrée} = A + \sum_i A_i \cos(2\pi f_i t + \varphi_i)$ . Ce signal est relié

à une entrée d'un multiplieur. On place sur l'autre entrée un signal sinusoïdal de fréquence  $f_0$ :  $S_{réf} = A_0 \cos(2\pi f_0 t)$ .

En sortie du multiplieur, on obtient:

$$S = \frac{I}{k} \left( A \cdot A_0 \cdot \cos(2\pi f_0 t) + \sum_i A_i [A_i \cdot \cos(2\pi f_0 t) \cdot \cos(2\pi f_i t + \varphi_i)] \right),$$

ou bien:

$$S = \frac{I}{k} \left( A \cdot A_0 \cdot \cos(2\pi f_0 t) + \frac{A_0}{2} \sum_i A_i [\cos(2\pi(f_0 - f_i)t - \varphi_i) + \cos(2\pi(f_0 + f_i)t + \varphi_i)] \right)$$

Après le filtre passe-bas de faible fréquence de coupure  $f_c$ , toutes les fréquences  $(f_0+f_i)$  et  $(f_0-f_i)$  qui sont plus grandes que  $f_c$  sont éliminées, il ne reste que la composante spectrale de fréquence  $(f_0-f_i)$  qui est plus petite que  $f_c$ , soit la composante a une fréquence proche de la fréquence de référence.

## 1.4. Objectifs de la thèse

Il n'existe pas actuellement de technique simple, non-destructive et sans contact pour mesurer à la fois l'épaisseur et de la diffusivité thermique d'un matériau. Ces deux paramètres doivent être mesurés par deux méthodes différentes, ce qui conduit à des configurations expérimentales complexes avec un temps de mesure long. La connaissance des valeurs de l'épaisseur et de la diffusivité thermique et de leurs variations aide à déterminer la durée de vie des composantes. Une application que nous visons est de contrôler l'épaisseur et la diffusivité thermique des composants difficiles d'accès dans le domaine nucléaire. L'objectif de notre étude est d'utiliser la technique de radiométrie photothermique modulée pour:

- développer une méthode pour mesurer l'épaisseur et la diffusivité thermique des plaques (analyse théorique, numérique et validation expérimentale),
- étendre la méthode de caractérisation d'une plaque pour différents coefficients d'échange thermique avec le milieu,
- étudier la caractérisation d'une couche sur un substrat.

# Chapitre 2: Modélisation du déphasage thermique – cas d'une couche sur un substrat

|  |           |
|--|-----------|
| <b>2.1. MODELE THERMIQUE POUR LE CHAUFFAGE 3D PAR LASER D'UNE COUCHE SUR UN SUBSTRAT</b>   | <b>35</b> |
| 2.1.1. PRESENTATION DU MODELE  | 36        |
| 2.1.2. INTERET DES ANALYSES DE SENSIBILITE ET DES ETUDES MULTIPARAMETRIQUES  | 40        |
| <b>2.2. APPLICATION AU CAS D'UNE PLAQUE</b>  | <b>42</b> |
| 2.2.1. PRISE EN COMPTE DES CONDITIONS D'ECHANGE THERMIQUE PAR CONVECTION DANS LE CAS D'UNE PLAQUE  | 42        |
| 2.2.2. ANALYSE DE SENSIBILITE DES PARAMETRES   | 44        |
| 2.2.2.1. ANALYSE DE SENSIBILITE DU DEPHASAGE AUX DIFFERENTS PARAMETRES   | 45        |
| 2.2.2.2. ANALYSE DE SENSIBILITE DE L'AMPLITUDE AUX DIFFERENTS PARAMETRES   | 48        |
| 2.2.2.3. CONCLUSION SUR L'ANALYSE DE SENSIBILITE   | 49        |
| 2.2.3. ETUDE MULTIPARAMETRIQUE SUR LE DEPHASAGE  | 49        |
| 2.2.3.1. INFLUENCE DU COEFFICIENT D'ABSORPTION, DU COEFFICIENT D'ECHANGE THERMIQUE ET DE LA POSITION DU POINT MESURE   | 49        |
| 2.2.3.2. INFLUENCE DE LA DIFFUSIVITE THERMIQUE, DE L'EPaisseur ET DU RAYON DE FAISCEAU LASER SUR LA COURBE DE DEPHASAGE  | 52        |
| 2.2.3.3. VARIATION DE LA VALEUR ET DE LA FREQUENCE DU DEPHASAGE MINIMAL ( $\phi_{\min}$ , $f_{\min}$ ), EN FONCTION DE LA DIFFUSIVITE THERMIQUE ET DE L'EPaisseur DE LA PLAQUE ET DU RAYON DU FAISCEAU LASER | 54        |
| 2.2.3.4. DETERMINATION DES RELATIONS SIMPLES   | 57        |
| 2.2.3.5. LIMITE D'APPLICATION DES RELATIONS SIMPLES  | 59        |
| <b>2.3. APPLICATION AU CAS D'UNE PLAQUE EPAISSE <math>L \gg r_0</math></b>   | <b>59</b> |
| 2.3.1. ANALYSE DE SENSIBILITE DES PARAMETRES   | 60        |
| 2.3.2. ETUDE MULTIPARAMETRIQUE   | 60        |
| <b>2.4. APPLICATION POUR LE CAS D'UNE COUCHE SUR UN SUBSTRAT SEMI-INFINI</b>   | <b>62</b> |
| 2.4.1. CONTACT THERMIQUE PARFAIT ENTRE LA COUCHE ET LE SUBSTRAT  | 63        |
| 2.4.1.1. ANALYSE DE SENSIBILITE DES PARAMETRES   | 63        |
| 2.4.1.1.1. Cas 1 : $r_0 \gg L$ (chauffage 1D)  | 64        |
| 2.4.1.1.2. Cas 2 : $r_0 \approx L$ (chauffage 3D)  | 65        |
| 2.4.1.2. ETUDE MULTIPARAMETRIQUE SUR LE DEPHASAGE, CAS 1 : $r_0 \gg L$ (CHAUFFAGE 1D)  | 66        |
| 2.4.2. CONTACT THERMIQUE INTERMEDIAIRE ENTRE LA COUCHE ET LE SUBSTRAT  | 67        |
| <b>2.5. CONCLUSIONS DU CHAPITRE 2</b>  | <b>68</b> |

Dans ce chapitre, un modèle thermique du chauffage par laser est présenté pour le cas d'une couche sur un substrat. A partir de ce modèle, des analyses de sensibilité sont réalisées pour déterminer l'impact des différents paramètres sur le déphasage, puis des études multiparamétriques sont effectuées en vue de déterminer des formules simples pour mesurer certaines propriétés thermiques.

Notons que dans les travaux précédents réalisés au laboratoire, un modèle thermique pour le cas d'une couche sur un substrat semi-infini a été développé<sup>57</sup>, ce modèle ne permet pas d'étudier le cas d'une couche mince sur un substrat de faible épaisseur. Le modèle développé au paragraphe 2.1 traite le cas général d'un substrat d'épaisseur  $L_s$  qui peut être mince ou épais. Notons également que ce travail complémentaire ayant été réalisé en fin de thèse, il n'est pas pleinement exploité dans les paragraphes suivants, en particulier dans le cadre de l'étude paramétrique.

## 2.1. Modèle thermique pour le chauffage 3D par laser d'une couche sur un substrat

Un synoptique du chauffage par laser considéré dans ce chapitre avec les paramètres pris en compte est présenté en figure 2.1. Nous utilisons un laser de rayon  $r_0$  (à  $1/e$  d'intensité) pour chauffer une couche sur un substrat. Le laser est en régime modulé de fréquence  $f$ .

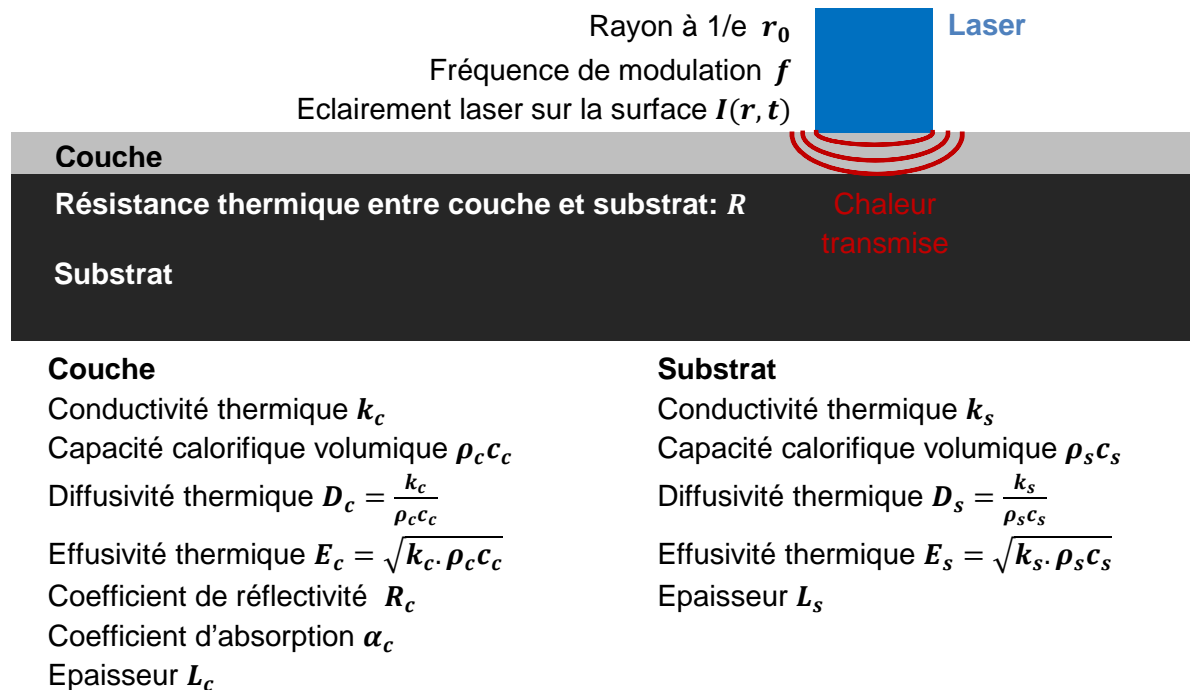


Figure 2.1. Synoptique du chauffage par laser d'une couche sur un substrat

## 2.1.1. Présentation du modèle

Le modèle thermique est développé pour le chauffage par un faisceau laser d'une couche absorbante en surface (l'épaisseur de la couche doit être beaucoup plus grande que la longueur d'absorption  $L_c \gg 1/\alpha_c$ ) sur un substrat d'épaisseur  $L_s$ . Le matériau est supposé homogène, isotrope, sans rugosité.

En coordonnées cylindriques, les équations de la chaleur dans la couche et dans le substrat peuvent être écrites sous la forme :

$$\rho_c c_c \frac{\partial \Delta T}{\partial t} = k_c \left( \frac{\partial^2 \Delta T}{\partial z^2} + \frac{\partial^2 \Delta T}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial \Delta T}{\partial r} \right) + \alpha_c (1 - R_c) I(r, t) e^{-\alpha_c z} \quad (0 \leq z \leq L_c) \quad (2-1)$$

$$\rho_s c_s \frac{\partial \Delta T}{\partial t} = k_s \left( \frac{\partial^2 \Delta T}{\partial z^2} + \frac{\partial^2 \Delta T}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial \Delta T}{\partial r} \right) \quad (L_c \leq z \leq L_c + L_s) \quad (2-2)$$

Où:

- $k_c, \rho_c, c_c$  et  $k_s, \rho_s, c_s$  sont respectivement la conductivité thermique ( $W/m/K$ ), la masse volumique ( $kg/m^3$ ) et la capacité calorifique massique ( $J/K/kg$ ) de la couche et du substrat.

- $L_c$  et  $L_s$  sont respectivement l'épaisseur ( $m$ ) de la couche et du substrat.

- $\alpha_c, R_c$  sont respectivement le coefficient d'absorption ( $m^{-1}$ ) et la réflectivité de la couche à la longueur d'onde du laser.

- $z$  et  $r$  sont respectivement la direction de propagation du faisceau laser et la distance radiale à partir du centre de la zone chauffée sur l'échantillon.

- $I(t, r)$  est l'éclairement ( $W/m^2$ ) du laser à la surface de la couche ( $z=0$ ).

- $\Delta T(t, z, r) = T(t, z, r) - T_i$  est l'élévation de la température ( $K$ ) due au chauffage par laser ( $T_i$  est la température initiale et  $T(z, r, t)$  est la température de l'échantillon).

La couche et le substrat sont reliés thermiquement par une résistance thermique  $R$ . L'échantillon est supposé plongé dans l'air ambiant, à environ  $20^\circ C$ , avec, éventuellement, un faible courant d'air, donc les échanges thermiques par convection sont négligeables (le coefficient d'échange thermique de l'air ambiant est très faible,  $h \approx 10 \text{ } Wm^{-2}K^{-1}$ ). Les conditions initiales et les conditions aux limites sont les suivantes:

Condition initiale:

$$\Delta T(t=0, z, r) = 0 \quad (2-3)$$

Conditions aux limites:

$$\left. \frac{\partial \Delta T}{\partial z} \right|_{z=0} = 0 \quad (2-4)$$

$$\left. \frac{\partial \Delta T}{\partial z} \right|_{z=L_s+L_c} = 0 \quad (2-5)$$

$$-k_c \left. \frac{\partial \Delta T}{\partial z} \right|_{z=L_c-} = -k_s \left. \frac{\partial \Delta T}{\partial z} \right|_{z=L_c+} = \frac{I}{R} (\Delta T|_{z=L_c-} - \Delta T|_{z=L_c+}) \quad (2-6)$$

On suppose que l'éclairement du laser peut être décrit par :  $I_L(t, r) = I(t) \cdot f_L(r)$

Pour un faisceau Gaussien:  $f_L(r) = \exp\left(-\frac{r^2}{r_0^2}\right)$

Pour un faisceau uniforme:  $f_L(r) = 1 \quad (r \leq r_0)$ ;  $f_L(r) = 0 \quad (r > r_0)$

Où  $r_0$  est le rayon du faisceau laser en 1/e intensité

On peut décomposer  $I(t)$  sous la forme de séries Fourier<sup>57</sup>:

$$I(t) = I_0 + \sum_{n=1}^{\infty} (a_n \sin(2\pi n f t) + b_n \cos(2\pi n f t)) = \text{Re} \sum_{n=0}^{\infty} \tilde{I}_n e^{-i2\pi n f t} \quad (2-7)$$

Où :

$I_0 = P / (\pi r_0^2)$  est l'éclairement moyen incident sur la surface, avec P la puissance moyenne du laser

$\tilde{I}_n = i\sqrt{a_n^2 + b_n^2} e^{-i\phi_L^n}$  est l'éclairement complexe correspondant à la n<sup>ième</sup> harmonique

$\phi_L^n = a \tan(b_n / a_n)$  est la phase de la n<sup>ième</sup> harmonique

$$a_n = 2f \int_0^{1/f} I(t) \sin(2\pi n f t) dt ; b_n = 2f \int_0^{1/f} I(t) \cos(2\pi n f t) dt$$

La réponse thermique en régime stationnaire peut être elle-même écrite sous la forme de séries Fourier :

$$\Delta T(t, z, r) = \Delta T_0(z, r) + \sum_{n=1}^{\infty} (A_n \sin(2\pi n f t) + B_n \cos(2\pi n f t)) = \text{Re} \sum_{n=0}^{\infty} \tilde{\Delta T}_n e^{-i2\pi n f t} \quad (2-8)$$

Où :

$\Delta T_0$  est l'élévation moyenne de la température de chauffage.

$\tilde{\Delta T}_n = i\sqrt{A_n^2 + B_n^2} e^{-i\phi_T^n}$  est l'amplitude complexe de la n<sup>ième</sup> harmonique de la variation de température

$\phi_T^n = a \tan(B_n / A_n)$  est la phase de la n<sup>ième</sup> harmonique du signal thermique

$$A_n = 2f \int_0^{1/f} \Delta T(t) \sin(2\pi n f t) dt ; B_n = 2f \int_0^{1/f} \Delta T(t) \cos(2\pi n f t) dt$$

En régime stationnaire, on peut considérer que les propriétés thermiques de la plaque sont indépendantes des variations résiduelles de température, car les variations  $\Delta T_n$  restent très petite (de l'ordre de la dizaine de Kelvin au maximum). A partir de (2-1), (2-2), (2-7) et (2-8), l'équation de la chaleur peut être décrite en régime stationnaire sous la forme :

$$-i2\pi n f \frac{\rho_c c_c}{k_c} \Delta \tilde{T}_n = \left( \frac{\partial^2 \Delta \tilde{T}_n}{\partial z^2} + \frac{\partial^2 \Delta \tilde{T}_n}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial \Delta \tilde{T}_n}{\partial r} \right) + \frac{\alpha_c (1-R_c)}{k_c} \tilde{I}_n e^{-\alpha_c z} f_L(r) \quad (0 \leq z \leq L_c) \quad (2-9)$$

$$-i2\pi n f \frac{\rho_s c_s}{k_s} \Delta \tilde{T}_n = \left( \frac{\partial^2 \Delta \tilde{T}_n}{\partial z^2} + \frac{\partial^2 \Delta \tilde{T}_n}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial \Delta \tilde{T}_n}{\partial r} \right) \quad (L_c \leq z \leq L_c + L_s) \quad (2-10)$$

Les solutions mathématiques générales<sup>78</sup> des équations (2-9) et (2-10) sont :

$$\Delta \tilde{T}_n(z, r) = \int_0^\infty \left( F_{c1}(\xi) e^{-\Psi_c z} + F_{c2}(\xi) e^{\Psi_c z} + \frac{\alpha_c (1-R_c)}{k_c} \tilde{I}_n e^{-\alpha_c z} F_n \right) J_0(\xi r) d\xi \quad (0 \leq z \leq L_c) \quad (2-11)$$

$$\Delta \tilde{T}_n(z, r) = \int_0^\infty \left( F_{s1}(\xi) e^{-\Psi_s z} + F_{s2}(\xi) e^{\Psi_s z} \right) J_0(\xi r) d\xi \quad (L_c \leq z \leq L_c + L_s) \quad (2-12)$$

Où :

$$\Psi_c = \sqrt{\xi^2 - 2\pi \cdot i \cdot n \cdot f \cdot \frac{\rho_c c_c}{k_c}} ; \Psi_s = \sqrt{\xi^2 - 2\pi \cdot i \cdot n \cdot f \cdot \frac{\rho_s c_s}{k_s}}$$

$$F_n = \frac{\Theta(\xi)}{\xi^2 - \alpha_c^2 - 2\pi \cdot i \cdot n \cdot f \cdot \frac{\rho_c c_c}{k_c}} \quad \text{avec } \Theta(\xi) = \begin{cases} \frac{\xi r_0^2}{2} e^{-\frac{\xi^2 r_0^2}{4}} - \text{faisceau gaussien} \\ r_0 J_1(\xi r_0) - \text{faisceau uniforme} \end{cases}$$

$$J_n(\xi r) = \frac{1}{\pi} \int_0^\pi \cos(n\tau - \xi r \sin \tau) d\tau \quad \text{est la fonction de Bessel de première espèce}$$

En appliquant les équations (2-11) et (2-12) aux conditions limites (2-4), (2-5), (2-6) on a :

$$(2-4) \rightarrow F_{c1} = F_{c2} - \frac{\alpha_c^2 (1-R_c)}{k_c \Psi_c} \tilde{I}_n F_n \quad (2-13)$$

$$(2-5) \rightarrow F_{s1} e^{-\Psi_s (L_s + L_c)} = F_{s2} \cdot e^{\Psi_s (L_s + L_c)} \quad (2-14)$$

$$(2-6) \rightarrow k_c \Psi_c F_{c1} e^{-\Psi_c L_c} - k_c \Psi_c F_{c2} e^{\Psi_c L_c} - k_s \Psi_s F_{s1} e^{-\Psi_s L_c} + k_s \Psi_s F_{s2} e^{\Psi_s L_c} + \alpha_c^2 (1-R_c) \tilde{I}_n e^{-\alpha_c L_c} F_n = 0 \quad (2-15)$$

$$(2-7) \rightarrow F_{s1} \left( k_s \Psi_s + \frac{1}{R} \right) e^{-\Psi_s L_c} - F_{s2} \left( k_s \Psi_s - \frac{1}{R} \right) e^{\Psi_s L_c} - F_{c1} \frac{1}{R} e^{-\Psi_c L_c} - F_{c2} \frac{1}{R} e^{\Psi_c L_c} - \frac{\alpha_c (1-R_c) \tilde{I}_n e^{-\alpha_c L_c}}{k_c R} F_n = 0 \quad (2-16)$$



En remplaçant (2-13) et (2-14) dans (2-15) et (2-16), on obtient:

$$(2-15) \rightarrow F_{c2}(e^{-\Psi_c L_c} - e^{\Psi_c L_c})k_c \Psi_c - F_{s2}(e^{2\Psi_s L_s} - 1)k_s \Psi_s e^{\Psi_s L_c} + F_n \alpha_c^2 (1 - R_c) \tilde{I}_n (e^{-\alpha_c L_c} - e^{-\Psi_c L_c}) = 0 \quad (2-17)$$

$$(2-16) \rightarrow -F_{c2} \frac{1}{R} (e^{-\Psi_c L_c} + e^{\Psi_c L_c}) + F_{s2} \left( e^{2\Psi_s L_s} (k_s \Psi_s + \frac{1}{R}) - k_s \Psi_s + \frac{1}{R} \right) e^{\Psi_s L_c} + F_n \frac{\alpha_c (1 - R_c) \tilde{I}_n}{k_c R} \left( \frac{\alpha_c}{\Psi_c} e^{-\Psi_c L_c} - e^{-\alpha_c L_c} \right) = 0 \quad (2-18)$$

A partir des deux équations (2-17) et (2-18), on détermine la valeur de  $F_{c2}$ :

$$F_{c2} = -\alpha_c (1 - R_c) \tilde{I}_n F_n \frac{B}{A} \quad (2-19)$$

Où:

$$A = (e^{-\Psi_c L_c} - e^{\Psi_c L_c})k_c \Psi_c \left( e^{2\Psi_s L_s} (k_s \Psi_s + \frac{1}{R}) - (k_s \Psi_s - \frac{1}{R}) \right) - \frac{1}{R} (e^{-\Psi_c L_c} + e^{\Psi_c L_c}) (e^{2\Psi_s L_s} - 1)k_s \Psi_s$$

$$B = \alpha_c (e^{-\alpha_c L_c} - e^{-\Psi_c L_c}) \left( e^{2\Psi_s L_s} (k_s \Psi_s + \frac{1}{R}) - (k_s \Psi_s - \frac{1}{R}) \right) + \frac{1}{Rk_c} \left( \frac{\alpha_c}{\Psi_c} e^{-\Psi_c L_c} - e^{-\alpha_c L_c} \right) (e^{2\Psi_s L_s} - 1)k_s \Psi_s$$

De (2-19) et (2-13), on détermine la valeur de  $F_{c1}$ :

$$F_{c1} = -\alpha_c (1 - R_c) \tilde{I}_n F_n \left( \frac{B}{A} + \frac{\alpha_c}{k_c \Psi_c} \right) \quad (2-20)$$

En remplaçant (2-19) et (2-20) en (2-11), nous avons l'expression analytique de la variation de la température surfacique d'une couche sur un substrat en régime stationnaire pour la  $n^{\text{ième}}$  harmonique de séries Fourier:

$$\Delta \tilde{T}_n(z=0, r) = \alpha_c (1 - R_c) \tilde{I}_n \int_0^\infty F_n \left( -\frac{2B}{A} - \frac{\alpha_c}{k_c \Psi_c} + \frac{1}{k_c} \right) J_0(\xi r) d\xi \quad (2-21)$$

Où:

$$A = (e^{-\Psi_c L_c} - e^{\Psi_c L_c})k_c \Psi_c \left( e^{2\Psi_s L_s} (k_s \Psi_s + \frac{1}{R}) - (k_s \Psi_s - \frac{1}{R}) \right) - \frac{1}{R} (e^{-\Psi_c L_c} + e^{\Psi_c L_c}) (e^{2\Psi_s L_s} - 1)k_s \Psi_s$$

$$B = \alpha_c (e^{-\alpha_c L_c} - e^{-\Psi_c L_c}) \left( e^{2\Psi_s L_s} (k_s \Psi_s + \frac{1}{R}) - (k_s \Psi_s - \frac{1}{R}) \right) + \frac{1}{Rk_c} \left( \frac{\alpha_c}{\Psi_c} e^{-\Psi_c L_c} - e^{-\alpha_c L_c} \right) (e^{2\Psi_s L_s} - 1)k_s \Psi_s$$

$$F_n = \frac{\Theta(\xi)}{\xi^2 - \alpha_c^2 - 2\pi \cdot i \cdot n \cdot f \cdot \frac{\rho_c c_c}{k_c}} \quad \text{avec } \Theta(\xi) = \begin{cases} \xi r_0^2 e^{-\frac{\xi^2 r_0^2}{4}} - \text{faisceau gaussien} \\ r_0 J_1(\xi r_0) - \text{faisceau uniforme} \end{cases}$$

$$J_n(\xi r) = \frac{1}{\pi} \int_0^\pi \cos(n\tau - \xi r \sin \tau) d\tau$$

$$\Psi_c = \sqrt{\xi^2 - 2\pi \cdot i \cdot n \cdot f \cdot \frac{\rho_c c_c}{k_c}} ; \Psi_s = \sqrt{\xi^2 - 2\pi \cdot i \cdot n \cdot f \cdot \frac{\rho_s c_s}{k_s}}$$

$$\tilde{I}_n = i\sqrt{a_n^2 + b_n^2} e^{-i\phi_L^n} ; \phi_L^n = \text{atan}(b_n / a_n)$$

$$a_n = 2f \int_0^{1/f} I(t) \sin(2\pi n f t) dt ; b_n = 2f \int_0^{1/f} I(t) \cos(2\pi n f t) dt$$

Le calcul du déphasage entre le laser et la réponse thermique de la face avant donne, pour la première harmonique (n=1):

$$\Delta\phi = a \tan\left(\text{Im}(\Delta\tilde{T}_I(z=0, r)) / \text{Re}(\Delta\tilde{T}_I(z=0, r))\right) \quad (2-22)$$

L'amplitude et le déphasage de l'élévation de la température de la surface dépendent de plusieurs paramètres et l'ajustement, par rapport à des valeurs expérimentales, de leurs variations en fonction de la fréquence de modulation du laser peut permettre de déterminer ces paramètres. Cet ajustement est toutefois rendu très difficile par le grand nombre de paramètres. C'est pourquoi, dans les paragraphes suivants, notre étude va se concentrer sur la variation du déphasage qui, contrairement à la variation de l'amplitude, ne dépend ni de la puissance du laser, ni de la réflectivité, ni de l'émissivité (cf. équation 1-28, 2-21 et 2-22).

## 2.1.2. Intérêt des analyses de sensibilité et des études multiparamétriques

La détermination des paramètres peut être réalisée par ajustement du modèle aux résultats expérimentaux, mais cet ajustement n'est pas unique, comme le montrent le tableau 2.1 et la figure 2.2 : plusieurs combinaisons de paramètres peuvent en effet donner une même courbe de déphasage. Le premier échantillon correspond à une couche  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de 100µm, le deuxième à une couche  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  de 45µm, le troisième à une couche de matériau non réaliste. Les trois échantillons sont sur un substrat inox semi-infini avec différentes valeurs de résistance thermique entre la couche et le substrat et sont chauffés par un même faisceau laser, proche de celui utilisé dans les essais expérimentaux en chapitre 4. Les couches sont supposées opaques et absorbant en surface à la longueur d'onde du laser.

Tableau 2.1. Paramètres de trois échantillons donnant une même courbe de déphasage en fonction de la fréquence (voir figure 2.2)

|   |   | Echantillons    |                  |                  |
|---|---|-----------------|------------------|------------------|
|   |   | 1 <sup>er</sup> | 2 <sup>ème</sup> | 3 <sup>ème</sup> |
| Puissance moyenne du laser                          | P (W)                                     | 10              | 10               | 10               |
| Rayon du faisceau laser gaussien                    | $r_0$ ( $\mu\text{m}$ )                   | 1970            | 1970             | 1970             |
| Capacité calorifique de la couche                   | $\rho_c c_c$ ( $\text{MJ/m}^3/\text{K}$ ) | 4               | 6                | 0.5              |
| Conductivité thermique de la couche                 | $k_c$ ( $\text{W/m/K}$ )                  | 20              | 6                | 3                |
| Coefficient d'absorption de la couche               | $\alpha_c$ ( $\mu\text{m}^{-1}$ )         | 20              | 20               | 20               |
| Réflectivité de la couche                           | $R_c$                                     | 0.65            | 0.65             | 0.65             |
| Épaisseur de la couche                              | $L_c$ ( $\mu\text{m}$ )                   | 100             | 45               | 110              |
| Épaisseur du substrat                               | $L_s$ ( $\mu\text{m}$ )                   | $\infty$        | $\infty$         | $\infty$         |
| Capacité calorifique                                | $\rho_s c_s$ ( $\text{MJ/m}^3/\text{K}$ ) | 3.4             | 3.4              | 3.4              |
| Conductivité thermique                              | $k_s$ ( $\text{W/m/K}$ )                  | 13              | 13               | 13               |
| Résistance thermique entre la couche et le substrat | R ( $\text{W}^{-1}.\text{m}^2.\text{K}$ ) | $4.10^{-4}$     | $4.10^{-4}$      | $4.10^{-3}$      |

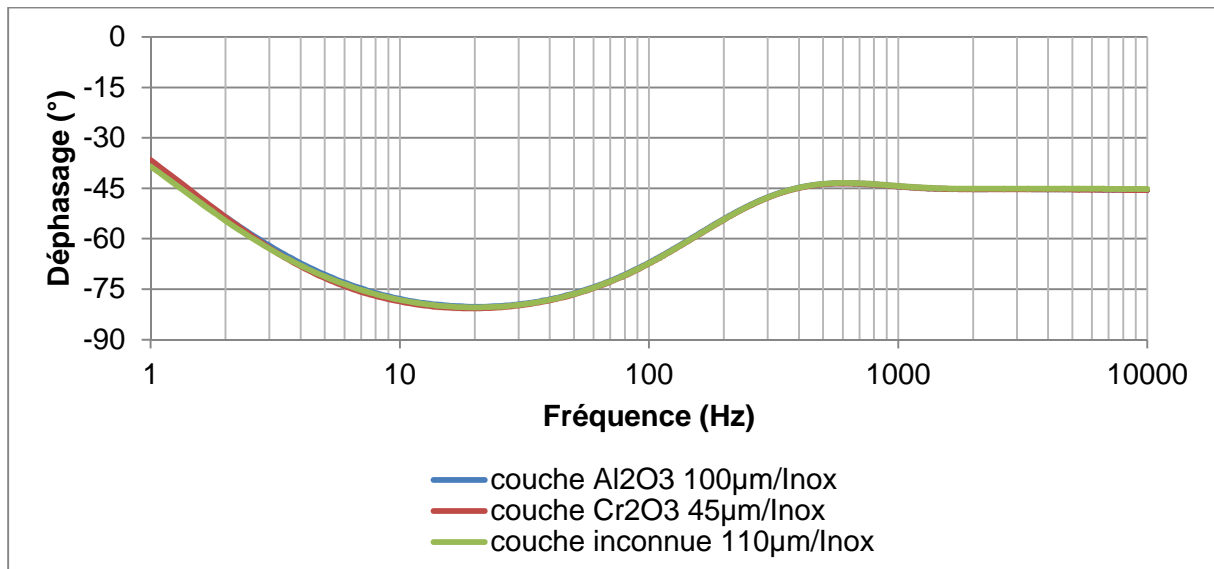


Figure 2.2. Trois courbes de déphasage en fonction de la fréquence voisine pour 3 échantillons différents

Cet exemple montre qu'il n'est pas possible d'identifier un échantillon complètement inconnu à partir de la seule mesure du déphasage en fonction de la fréquence. Nous avons donc effectué une analyse de sensibilité et une étude multiparamétrique pour identifier des cas concrets pour lesquels cette ambiguïté serait levée.

Dans la suite, nous avons choisi d'étudier ce modèle théorique pour différents cas particuliers: une plaque, un solide de grande épaisseur, une couche sur un substrat semi-infini.

## 2.2. Application au cas d'une plaque

Le modèle thermique d'une couche sur un substrat développé en partie 2.1 peut être transformé en modèle pour une plaque dans les cas suivants:

- Soit l'épaisseur du substrat est égale à zéro,
- Soit la résistance thermique  $R$  entre la couche et le substrat est très grande ( $R=\infty$ ), c'est-à-dire qu'il n'y a aucun transfert thermique par conduction entre la couche et le substrat. Dans ce cas, la couche et le substrat sont bien séparés thermiquement, donc pour le modèle thermique, le substrat n'a d'influence ni sur l'amplitude ni sur le déphasage de la variation de température.

L'amplitude de la température surfacique peut alors être simplifiée sous la forme suivante<sup>54</sup>:

$$\Delta \tilde{T}_n(z=0, r) = \frac{\alpha(1-R_c)\tilde{I}_n}{k} \int_0^\infty \frac{\Phi(\xi)}{\xi^2 - \alpha^2 - 2\pi \cdot i \cdot n \cdot f \cdot \frac{\rho c}{k}} \times \left[ -\frac{2\alpha(e^{-\Psi L} - e^{-\alpha L})}{\Psi(e^{\Psi L} - e^{-\Psi L})} - \frac{\alpha}{\Psi} + 1 \right] J_0(\xi r) d\xi \quad (2-23)$$

Où :  $\Psi = \sqrt{\xi^2 - 2\pi \cdot i \cdot n \cdot f \cdot \rho c / k}$

$\rho$ ,  $c$ ,  $k$ ,  $\alpha$ ,  $R_c$ ,  $L$  sont respectivement la masse volumique ( $kg.m^{-3}$ ), la capacité calorifique massique ( $J.K^{-1}kg^{-1}$ ), la conductivité thermique ( $W.m^{-1}.K$ ), le coefficient d'absorption ( $m^{-1}$ ), le facteur de réflectivité et l'épaisseur de la plaque ( $m$ ).

### 2.2.1. Prise en compte des conditions d'échange thermique par convection dans le cas d'une plaque

Dans le cas d'une plaque uniforme, contrairement au modèle présenté au paragraphe 2.1, le modèle présenté ci-dessous introduit la condition d'échange thermique entre les deux faces de l'échantillon et le milieu expérimental. Cette condition permet d'étudier les impacts de l'environnement sur les mesures ; en particulier elle permet d'utiliser le modèle dans plusieurs autres milieux (courant de gaz, eau...) que dans celui du laboratoire (air ambiant stable), là où les échanges par convection ne peuvent plus être négligés. Le synoptique est donné sur la figure 2.3.

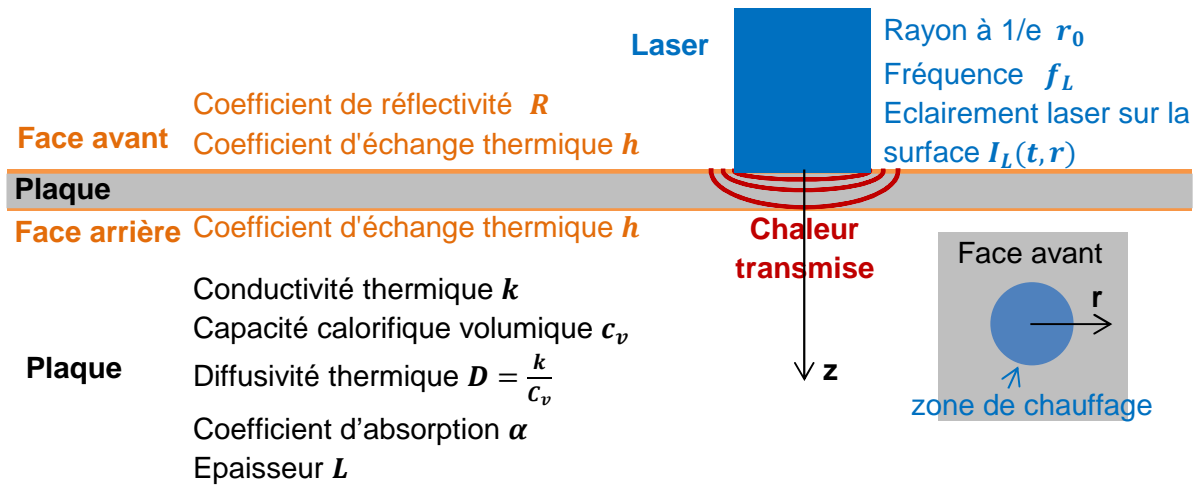


Figure 2.3. Synoptique du chauffage par laser d'une plaque seule avec prise en compte de l'échange thermique par convection.

En coordonnées cylindriques, l'équation de la chaleur d'une plaque (homogène, isotrope, surface sans rugosité) chauffée par un laser, peut-être écrite sous la forme :

$$\rho c \frac{\partial T}{\partial t} = k \left( \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial T}{\partial r} \right) + \alpha (1 - R_c) I(t, r) e^{-\alpha z} \quad 0 \leq z \leq L \quad (2-24)$$

Avec la condition initiale :

$$\Delta T(t = 0, z, r) = 0 \quad (2-25)$$

Et les conditions aux limites :

$$\left. \frac{\partial \Delta T}{\partial z} \right|_{z=0} = \mu (T_{z=0} - T_a); \quad \left. \frac{\partial \Delta T}{\partial z} \right|_{z=L} = \mu (T_{z=L} - T_a) \quad (2-26)$$

Où  $\mu = h / k$ ,  $h(Wm^{-2}K^{-1})$  est le coefficient d'échange thermique entre la surface de la plaque et le milieu environnant (l'échange thermique par convection est supposé beaucoup plus important que l'échange par rayonnement que l'on continue de négliger). On suppose que la température de l'environnement  $T_a$  est égale à la température initiale de la plaque  $T_i$ .

Donc :  $T_{z=0} - T_a = \Delta T(t, z = 0, r)$ ;  $T_{z=L} - T_a = \Delta T(t, z = L, r)$

En utilisant la décomposition de Fourier de l'intensité du laser et de la variation de la température (cf. paragraphe 2.1) et en appliquant les conditions limites (2-26) en (2-24), nous avons l'expression analytique de l'élévation de la température de la face avant d'une plaque en régime stationnaire pour la  $n^{\text{ième}}$  harmonique du laser :

$$\Delta T_n(z=0, r) = \frac{\alpha(1-R_c)I_n}{k} \int_0^\infty \frac{\Theta(\xi)}{\xi^2 - \alpha^2 - 2\pi \cdot i \cdot n \cdot f \cdot \frac{\rho c}{k}} \times J_0(\xi r) \times \left( \frac{e^{-\Psi L} - e^{-\alpha L}}{e^{\Psi L} - e^{-\Psi L}} \left( \frac{\mu + \alpha}{\mu - \Psi} - \frac{\mu + \alpha}{\mu + \Psi} \right) - \frac{\mu + \alpha}{\mu + \Psi} + 1 \right) d\xi \quad (2-27)$$

Où :

$$\Psi = \sqrt{\xi^2 - 2\pi \cdot i \cdot n \cdot f \cdot \rho c / k} ; \mu = h / k$$

$$\Theta(\xi) = \begin{cases} \frac{\xi r_0^2}{2} \exp\left(-\frac{\xi^2 r_0^2}{4}\right) - \text{faisceau gaussien} \\ r_0 J_1(\xi r_0) - \text{faisceau uniforme} \end{cases} ; \quad J_n(\xi r) = \frac{1}{\pi_0} \int_0^\pi \cos(n\tau - \xi r \sin \tau) d\tau$$

$$\tilde{I}_n = i\sqrt{a_n^2 + b_n^2} e^{-i\phi_L^n} ; \phi_L^n = a \tan(b_n / a_n)$$

$$a_n = 2f \int_0^{1/f} I(t) \sin(2\pi n f t) dt ; b_n = 2f \int_0^{1/f} I(t) \cos(2\pi n f t) dt$$

Comme l'amplitude, le déphasage thermique pour la première harmonique (n=1)  $\Delta\phi = a \tan(\text{Re al}(\Delta T_I) / \text{Im ag}(\Delta T_I))$  dépend des paramètres ( $k$ ,  $\rho c$ ,  $\alpha$ ,  $L$ ,  $r_0$ ,  $h$ ). Il est important de déterminer l'influence de ces différents paramètres afin de déterminer ceux qui ont un fort impact et à quelles fréquences. Les valeurs de base des paramètres utilisés dans cette partie 2 sont données dans le tableau 2.2. Ces valeurs sont choisies pour le cas d'une plaque Inox 304L que l'on va mesurer dans la partie expérimentale, le coefficient d'échange thermique correspond à la convection libre de l'eau<sup>79</sup>. L'intensité est supposée de la forme  $I(t) = I_0(1 - \cos(2\pi f t))$ . A partir d'un cas particulier, nous allons généraliser les résultats pour les autres matériaux. Tous les calculs dans la partie 2.2.2 et 2.2.3 seront basés sur l'équation 2-27.

Tableau 2.2. Paramètres utilisés pour l'analyse de sensibilité et l'étude multiparamétrique.

Cas d'une plaque

| $k$<br>( $Wm^{-1}K^{-1}$ ) | $\rho c$<br>( $MJ.K^{-1}m^{-3}$ ) | $\alpha$<br>( $\mu m^{-1}$ ) | $L$<br>( $\mu m$ ) | $r_0$ à $1/e$<br>( $\mu m$ ) | $r$<br>( $\mu m$ ) | $P$<br>( $W$ ) | $R_c$ | $h$<br>( $Wm^{-2}K^{-1}$ ) |
|----------------------------|-----------------------------------|------------------------------|--------------------|------------------------------|--------------------|----------------|-------|----------------------------|
| 13                         | 3.7                               | 36                           | 400                | 1740                         | 0                  | 10             | 0.65  | 100                        |

## 2.2.2. Analyse de sensibilité des paramètres

Une étude de sensibilité vise à déterminer, parmi les variables d'entrée  $x_i$  d'un modèle, celles qui ont le plus d'impact sur la variable d'intérêt  $\eta$ . La quantification de cet

impact se fait souvent via l'estimation du coefficient de sensibilité<sup>80</sup>  $S_{x_i/\eta} = x_i \frac{\partial \eta}{\partial x_i}$ . Pour connaître le niveau de variation de la variable d'intérêt  $\eta$  suite à une variation de  $\vartheta\%$  de la variable d'entrée  $x_i$ , on prend  $\vartheta\%$  multiplié par le coefficient de sensibilité  $S_{x_i/\eta}$ .

Remarque : Les études portant sur la variation de l'amplitude et du déphasage en fonction de la fréquence de modulation du laser

### 2.2.2.1. Analyse de sensibilité du déphasage aux différents paramètres

Les courbes de déphasage d'une part, de sensibilité du déphasage aux paramètres  $k, \rho c, \alpha, L, r_0, r, h$  d'autre part sont présentées dans les figures 2.4-2.6 pour le cas d'une plaque Inox d'épaisseur 400 $\mu\text{m}$ , chauffée par un faisceau laser de rayon (à 1/e) 1740 $\mu\text{m}$ . La zone d'analyse de l'émission d'infrarouge est considérée comme ponctuelle. Ces courbes de déphasage et de sensibilité peuvent être reproduites pour les autres matériaux avec différentes épaisseurs et pour les autres rayons de faisceau laser. Les observations suivantes sont aussi valables pour les autres valeurs des paramètres.

La figure 2.4 présente la sensibilité des paramètres au centre de la zone chauffée.

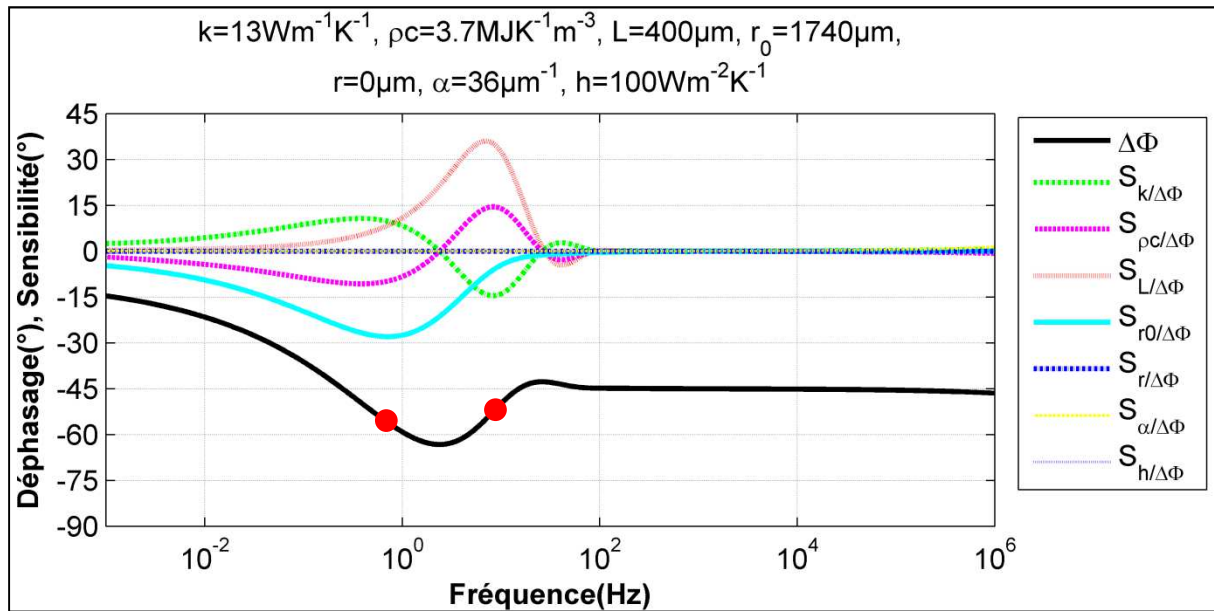


Figure 2.4. Déphasage et sensibilité des paramètres sur le déphasage en fonction de la fréquence. Plaque Inox d'épaisseur 400 $\mu\text{m}$  chauffée par un faisceau laser de 1740 $\mu\text{m}$  de rayon.

➤ **Sensibilité de  $\alpha$ ,  $r$ ,  $h$**

Les courbes de sensibilité de  $\alpha$ ,  $r$ ,  $h$  étant confondues avec la ligne de zéro (figure 2.4), elles sont présentées séparément, à une échelle dilatée, sur les figures 2.5 et 2.6.

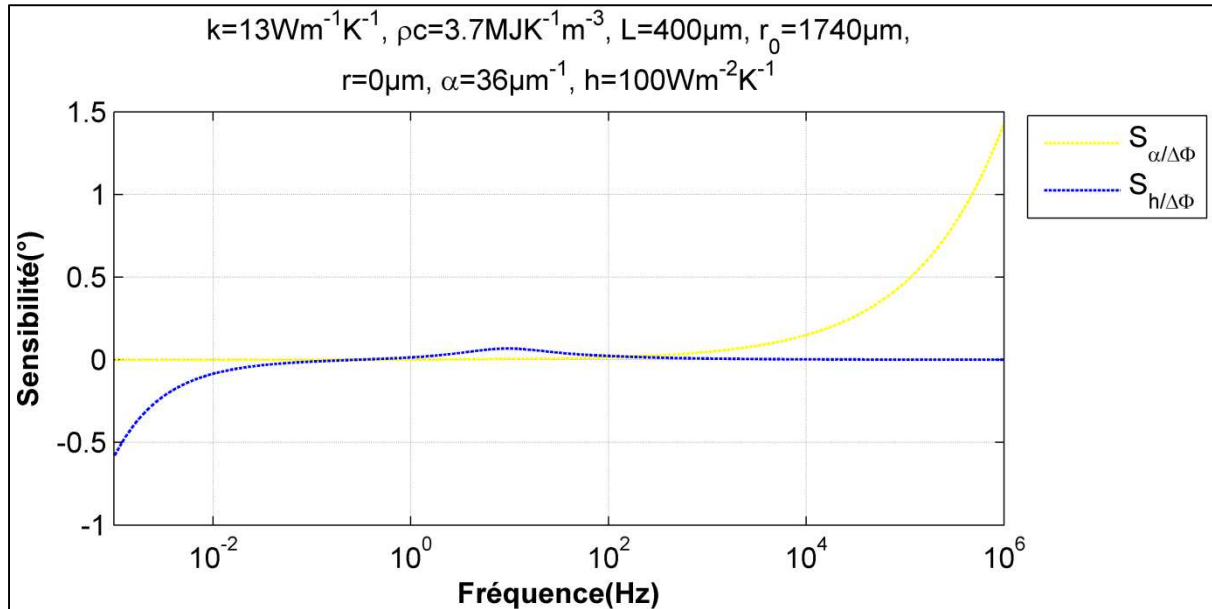


Figure 2.5. Sensibilité du déphasage au coefficient d'absorption et au coefficient d'échange thermique. Plaque Inox 400 $\mu$ m chauffée par un faisceau laser de 1740 $\mu$ m de rayon.

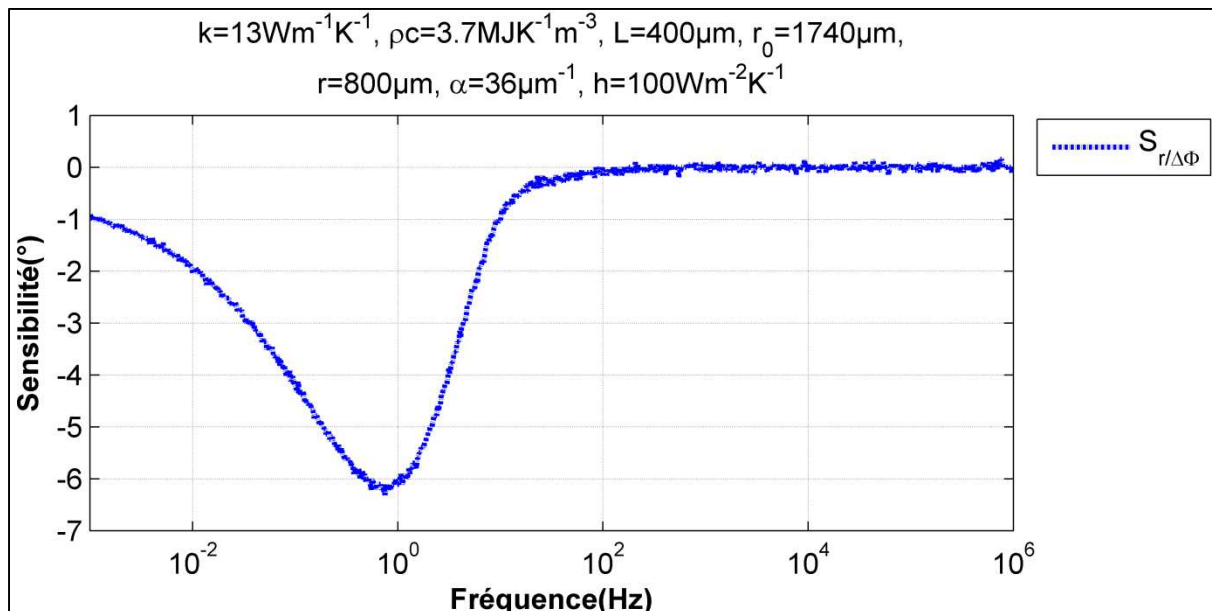


Figure 2.6. Sensibilité du point mesuré en fonction de la fréquence. Plaque Inox 400 $\mu$ m chauffée par un faisceau laser de 1740 $\mu$ m de rayon.



Sur la figure 2.5, dans le cas d'une plaque opaque ( $L.\alpha \gg 1$ ), le coefficient d'absorption a une influence sur le déphasage uniquement à très hautes fréquences. Le coefficient d'échange thermique a lui une influence sur le déphasage uniquement aux très basses fréquences.

La figure 2.6 présente la sensibilité du point mesuré à  $r=800\mu\text{m}$  du centre de chauffage ( $r \sim r_0/2$ ) (car d'une mesure au centre de chauffage ne peut pas montrer la sensibilité du point mesuré). Elle montre que l'influence de la position du point mesuré est non négligeable quand ce dernier est éloigné du centre de la zone chauffée. Pour éviter ce problème, nous devons veiller à ce que le détecteur infrarouge reçoive le flux thermique d'une petite surface située au centre de cette zone.

#### ➤ Sensibilité de $k, \rho c$

Sur la figure 2.4, il apparaît que les valeurs de la sensibilité du déphasage à la conductivité thermique et à la capacité calorifique sont équivalentes (car ces valeurs de sensibilité sont égales en valeur absolues et de signes contraires). Ces 2 paramètres sont corrélés, leur influence peut être rassemblée en un seul paramètre : le ratio  $k/\rho c$ , soit la diffusivité thermique  $D$ . On le voit dans l'équation 2-27, où seul  $D$  intervient.

De plus, les sensibilités du déphasage à la conductivité thermique et à la capacité thermique sont égales à zéro lorsque le déphasage est minimal, ce qui signifie que le déphasage minimal est indépendant des propriétés thermiques de la plaque. **Donc, connaissant la valeur du déphasage minimal, nous pouvons déterminer l'épaisseur de la plaque sans en connaître les propriétés thermiques<sup>81</sup>.**

La sensibilité aux paramètres thermiques conductivité thermique et capacité calorifique est maximale de part et d'autre du minimum de déphasage (marques rouges sur la figure 2.4). Ce sont donc les positions a priori optimales pour déterminer les propriétés thermiques par la méthode d'ajustement des paramètres. Chaque position a ses avantages et inconvénients, donc suivant les conditions expérimentales, nous choisirons le domaine de fréquences où réaliser l'ajustement.

La position rouge à gauche, aux plus basses fréquences, sera préférée pour les mesures in situ, car elle ne nécessite pas la connaissance exacte de l'épaisseur de la plaque (faible sensibilité), mais elle demande une connaissance précise du rayon de faisceau laser (sensibilité maximale) ; par contre, l'amplitude de la variation de température est plus forte aux basses fréquences, donc la variation des propriétés thermiques sera plus importante et la condition des propriétés thermiques indépendantes de la température risque de n'être plus valable.

La position rouge à droite, aux plus hautes fréquences, sera préférée pour une mesure en laboratoire car l'épaisseur de la plaque peut être mesurée avec précision.

Compte tenu du fait que la sensibilité aux propriétés thermiques est nulle, et donc de son intérêt pour la mesure de l'épaisseur, la position que nous avons choisi d'étudier est au déphasage minimal où on a un compromis entre la mesure in situ et la mesure en laboratoire, ainsi qu'entre la demande de précision de l'épaisseur de la plaque et du rayon de faisceau laser.

## 2.2.2.2. Analyse de sensibilité de l'amplitude aux différents paramètres

Afin de compléter les informations apportées par le déphasage, la même étude est réalisée sur la variation de l'amplitude de l'élévation de température. Cette étude et l'analyse de sensibilité aux différents paramètres sont présentées sur la figure 2.7.

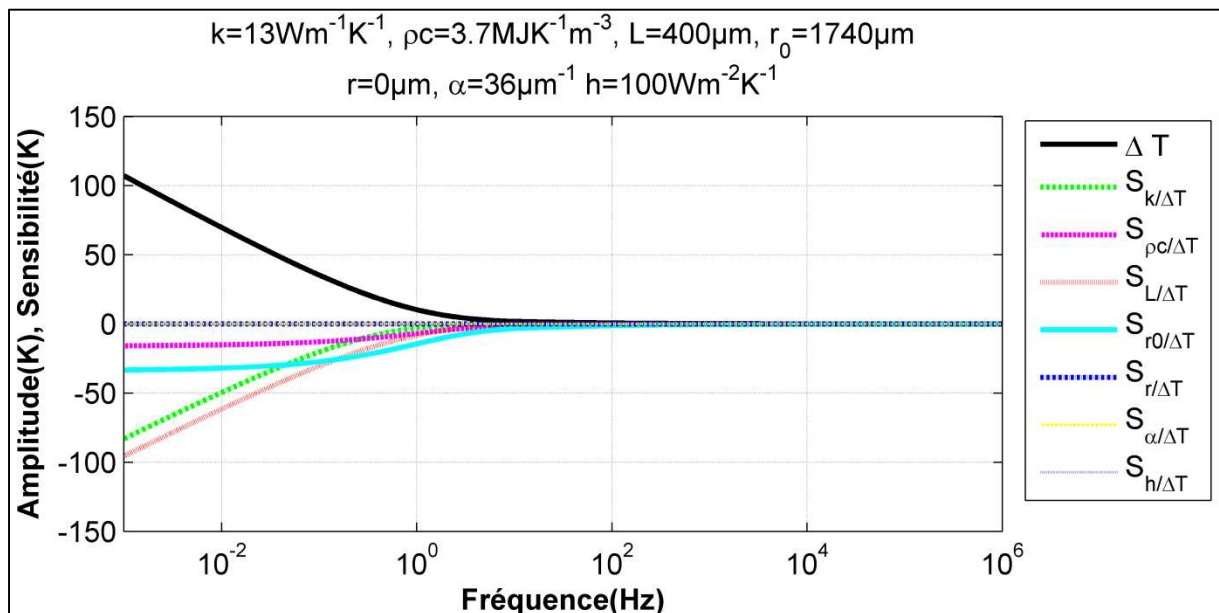


Figure 2.7. Amplitude de la variation de température et sensibilité de cette amplitude aux différents paramètres en fonction de la fréquence. Plaque Inox 400 $\mu\text{m}$  chauffée par un faisceau laser de 1740 $\mu\text{m}$  de rayon.

On voit que les influences du coefficient d'absorption et de la position de la mesure sur l'amplitude thermique sont négligeables par rapport à celles des autres paramètres,  $k$ ,  $\rho c$ ,  $L$ ,  $r_0$ , dont les impacts sont importants à basse fréquence. En plus de ces paramètres, l'amplitude thermique dépend aussi de la puissance du laser et de la réflectivité de la surface. A basse fréquence, l'amplitude de la température est très élevée, donc l'hypothèse d'une variation négligeable des propriétés thermiques prise dans le modèle théorique risque de ne plus être valable. A haute fréquence, l'amplitude thermique est très basse, ce qui

entraîne des difficultés dans la détection de la variation du rayonnement infrarouge, particulièrement à grande distance.

### 2.2.2.3. Conclusion sur l'analyse de sensibilité

Cette analyse de sensibilité confirme l'intérêt de la mesure du déphasage de l'élévation de température par rapport à celle de son amplitude :

- le déphasage minimal est indépendant des propriétés thermiques de la plaque,
- les trois paramètres principaux qui ont une influence sur le déphasage sont la diffusivité thermique, l'épaisseur de la plaque et le rayon de faisceau laser,
- les influences du coefficient d'absorption, du coefficient d'échange thermique et de la position du point mesuré sont négligeables dans le domaine de fréquences considéré et sous certaines conditions qui sont précisées dans le paragraphe suivant.

### 2.2.3. Etude multiparamétrique sur le déphasage

Nous allons maintenant étudier l'influence des paramètres coefficient d'absorption  $\alpha$ , coefficient d'échange thermique  $h$  et position radiale  $r$  sur le déphasage, en particulier sur les valeurs du déphasage minimal  $\varphi_{min}$  et de sa fréquence  $f_{min}$ . L'objectif de cette étude multiparamétrique est de trouver des relations simplifiées entre les paramètres d'entrée (épaisseur et diffusivité de la plaque,  $L$  et  $D$ , et rayon du faisceau laser gaussien,  $r_0$ ) et les paramètres du minimum de déphasage ( $\varphi_{min}$ ,  $f_{min}$ ).

#### 2.2.3.1. Influence du coefficient d'absorption, du coefficient d'échange thermique et de la position du point mesuré

Les influences de  $\alpha$ ,  $h$ ,  $r$  sur le déphasage sont illustrées sur les figures 2.8 à 2.10. Les paramètres modélisés sont donnés sur le tableau 2.2.

##### ➤ Influence de $\alpha$ , coefficient d'absorption

On voit sur la figure 2.8, qui représente la variation du déphasage en fonction de la fréquence, que, dans le cas des matériaux opaques  $\alpha \gg 1/L$ , le coefficient d'absorption a très peu d'influence sur la courbe de déphasage. L'influence du coefficient d'absorption dans le cas d'un matériau opaque n'apparaît qu'aux très hautes fréquences, hors du domaine de notre étude. Dans le cas d'un matériau absorbant surfacique (ici  $\alpha \gg 1\mu\text{m}^{-1}$ ), on peut donc considérer que l'influence du coefficient d'absorption est négligeable de 1Hz à 10kHz, plage expérimentale considérée dans notre étude.

Le cas d'un matériau transparent au faisceau laser, qui n'est pas traité par le modèle théorique développé, ne rentre pas dans le cadre de notre étude.

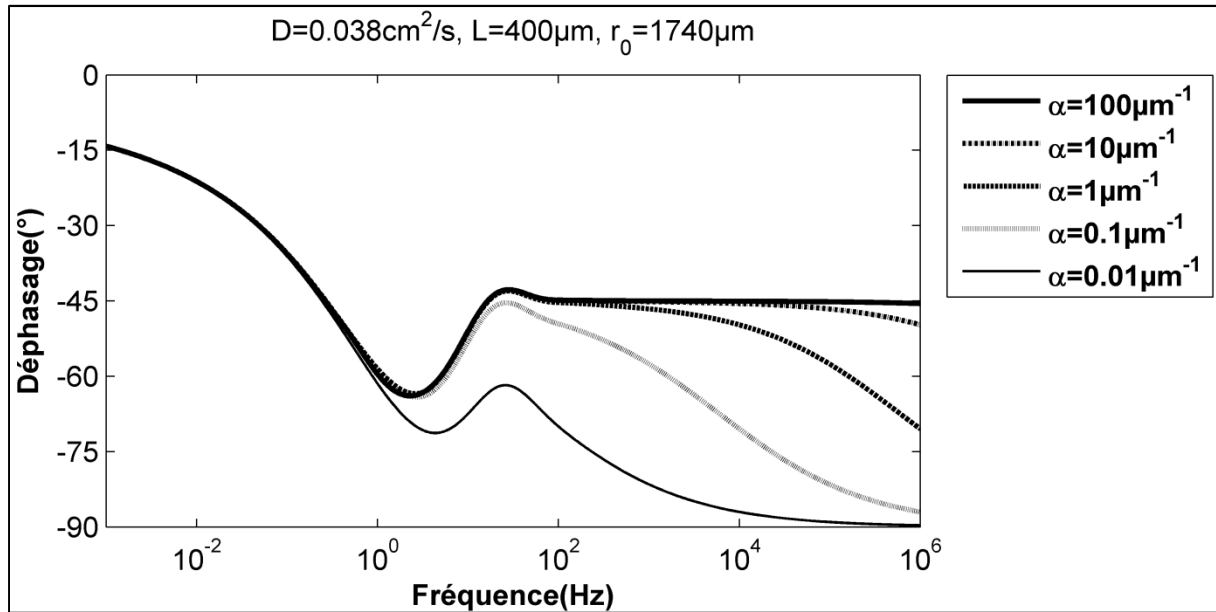


Figure 2.8. Déphasage en fonction de la fréquence pour différentes valeurs du coefficient d'absorption. Cas d'une plaque.

#### ➤ Influence de $h$ , coefficient d'échange thermique de la plaque

La figure 2.9 montre que l'influence du coefficient d'échange thermique sur la courbe de déphasage n'existe qu'à très basse fréquence.

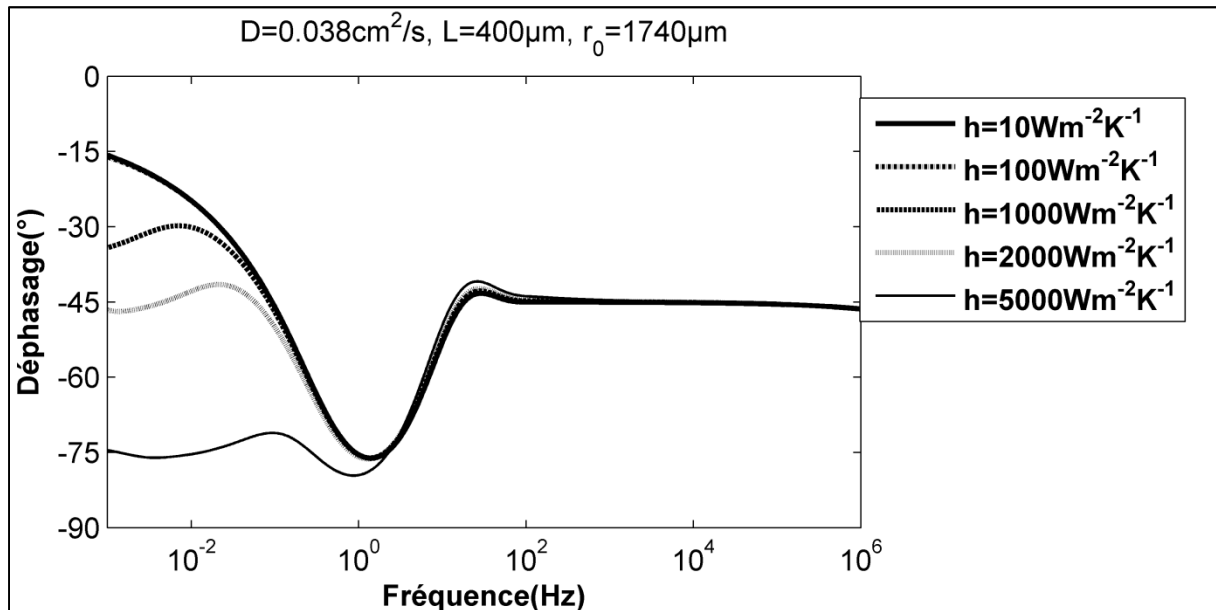


Figure 2.9. Déphasage en fonction de la fréquence pour différentes valeurs du coefficient d'échange thermique. Cas d'une plaque.

Cette influence est négligeable pour les valeurs de  $h < 1000 \text{ Wm}^{-2}\text{K}^{-1}$  (valeur typique obtenue avec un écoulement d'eau forcé) à partir de 1Hz. Pour les échanges thermique plus importants ( $h > 2000 \text{ Wm}^{-2}\text{K}^{-1}$ ), il apparait des perturbations à très basse fréquence, cela peut-être dû à l'effet 3D mais aussi au calcul numérique. Dans notre cas d'étude, nous allons rester sous l'air ambiant ( $h = 10 \text{ Wm}^{-2}\text{K}^{-1}$ ) pour les essais expérimentaux, donc cette perturbation n'a pas d'influence sur notre résultat.

#### ➤ Influence de $r$ , position du point de mesure

La position du point mesuré a une influence non négligeable, en particulier si ce point est éloigné du centre du chauffage. Sur la figure 2.10, on peut voir que cette influence devient importante à partir d'une position  $r \approx r_0/2$ . Dans les essais expérimentaux, nous devons donc veiller à ce que la zone collectée soit bien centrée sur la zone de chauffage et ait un rayon plus petit que  $r_0/2$ .

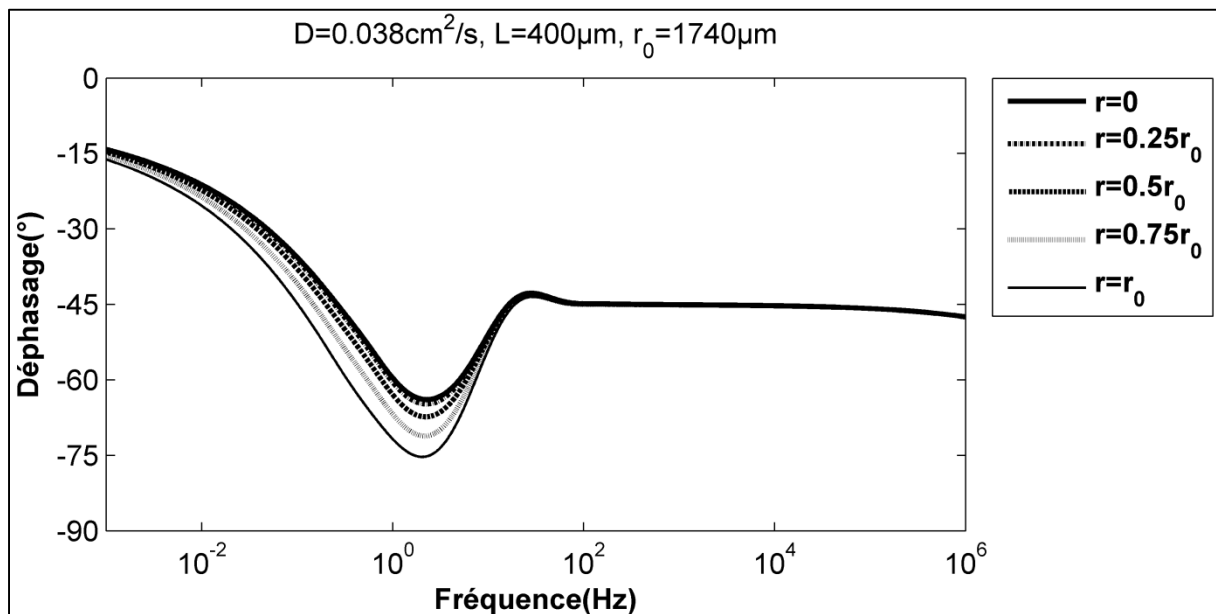


Figure 2.10. Déphasage en fonction de la fréquence pour différentes positions du point mesuré. Cas d'une plaque.

#### ➤ Conclusion sur le domaine d'étude

Pour pouvoir négliger les influences des trois paramètres,  $\alpha$ ,  $h$ ,  $r$  sur le déphasage, nous retenons donc les conditions suivantes : des matériaux opaques, absorbant en surface ( $\alpha \gg 1 \mu\text{m}^{-1}$ ), avec un échange thermique entre la surface et l'environnement inférieur à  $1000 \text{ Wm}^{-2}\text{K}^{-1}$  qui est équivalent avec la convection forcée de l'eau, et une mesure faite au centre du chauffage ( $r=0$ ).

### 2.2.3.2. Influence de la diffusivité thermique, de l'épaisseur et du rayon de faisceau laser sur la courbe de déphasage

Afin d'observer l'influence de la diffusivité thermique sur le déphasage, nous traçons plusieurs courbes de déphasage en fonction de la fréquence pour différentes valeurs de la diffusivité thermique (figure 2.11). Les autres paramètres sont fixés selon les valeurs du tableau 2.2. De même, les influences de l'épaisseur de la plaque et du rayon de faisceau laser sur le déphasage sont présentées en figures 2.12 et 2.13.

#### ➤ Influence de $D$ , diffusivité thermique

La figure 2.11 confirme que le déphasage minimal est indépendant de la diffusivité thermique. La variation des valeurs de la diffusivité thermique se traduit seulement par un déplacement de la courbe de déphasage suivant l'axe de la fréquence, la valeur du déphasage minimal restant constante. Donc, comme montré précédemment dans la référence<sup>81</sup>, **on peut mesurer l'épaisseur de la plaque à partir de la valeur du déphasage minimale si on connaît le rayon  $r_0$  du faisceau laser.**

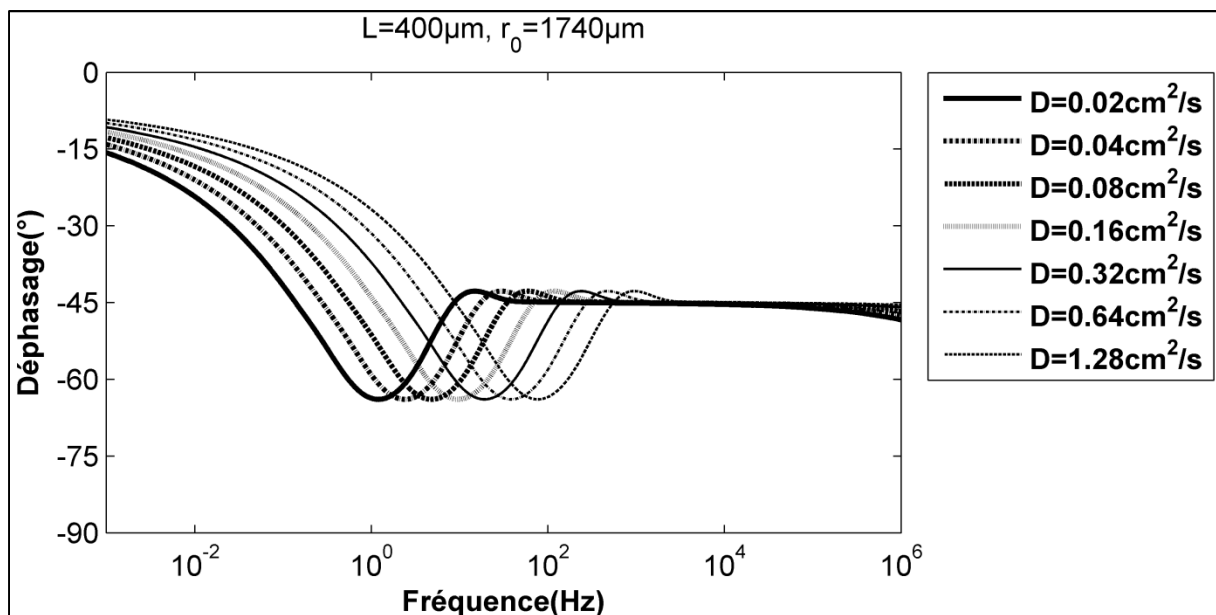


Figure 2.11. Déphasage en fonction de la fréquence pour différentes valeurs de la diffusivité thermique de la plaque.

Expérimentalement, les signaux thermiques sont plus stables pour les fréquences estimées de 1Hz à 100Hz. Cela signifie que l'étude sera restreinte aux valeurs de diffusivité, ni trop petites ( $D > 0,01 \text{ cm}^2/\text{s}$ ), ni trop grandes ( $D < 1 \text{ cm}^2/\text{s}$ ) pour lesquelles le déphasage minimal reste dans cette plage de fréquences.

### ➤ Influence de $L$ , épaisseur de la plaque

La figure 2.12 montre par ailleurs que plus l'épaisseur de la plaque est petite, plus les courbes de déphasage approchent la valeur de  $-90^\circ$  ; de plus, elles se superposent à basse fréquence. La propagation de la chaleur atteint en effet très vite l'épaisseur de la plaque, le transfert est proche d'un transfert unidirectionnel (le modèle 3D approche le modèle 1D). (Rappel: un chauffage est considéré comme un chauffage 1D si le rayon  $r_0$  du faisceau laser est grand devant la longueur de diffusion thermique  $L = (D \cdot t)^{0.5} \sim (D/f)^{0.5}$ . Le transfert thermique est vraiment 1D quand la fréquence est élevée, ou l'épaisseur petite ou le rayon de faisceau grand).

A l'inverse, pour une épaisseur de la plaque trop grande, les courbes de déphasage ne montrent plus de minimum, donc l'épaisseur de la plaque ne peut pas être déterminée (ou est très difficile à déterminer) par la courbe de déphasage. Pour notre application, nous nous sommes plus intéressés aux plaques de faible épaisseur, inférieure à 1mm. On verra par la suite que notre méthode de caractérisation peut être aussi appliquée pour les grandes épaisseurs mais sous certaines conditions.

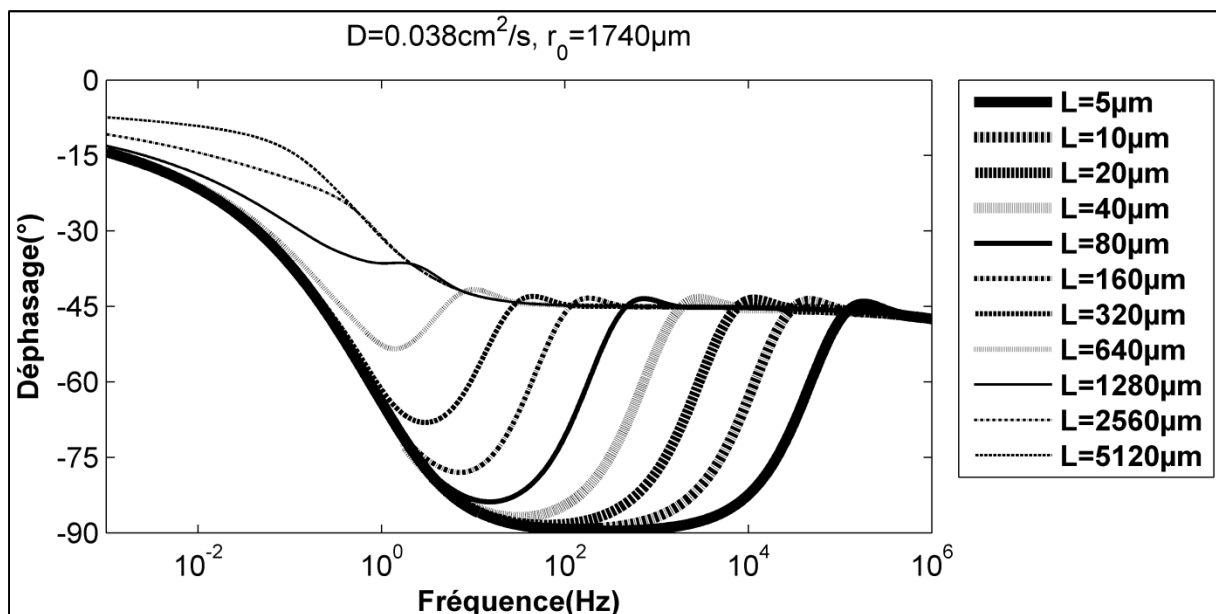


Figure 2.12. Déphasage en fonction de la fréquence pour différentes valeurs de l'épaisseur de la plaque.

### ➤ Influence de $r_0$ , rayon du faisceau laser (en $1/e$ intensité)

Sur la figure 2.13, on voit que, quand le rayon  $r_0$  devient très grand, la courbe de déphasage approche la valeur  $-90^\circ$ , le modèle 3D approche le modèle 1D (cf. la remarque précédente de la figure 2.12). A l'inverse, quand  $r_0$  devient petit (faisceau focalisé), le minimum de déphasage ne peut pas être observé. Dans le cas de notre étude, nous allons

choisir un rayon de faisceau laser de type standard (quelques mm) pour les mesures des épaisseurs de quelques centaines de micromètres.

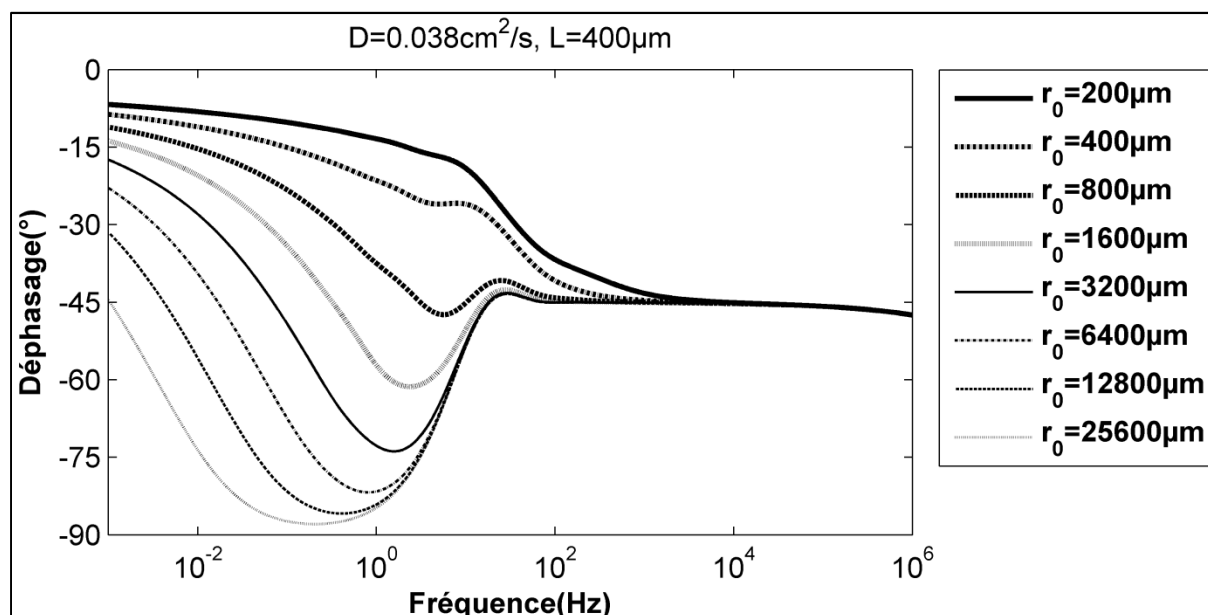


Figure 2.13. Déphasage en fonction de la fréquence pour différentes valeurs du rayon de faisceau laser. Cas d'une plaque.

#### ➤ Conclusion sur le domaine d'étude

Expérimentalement, nous nous intéresserons donc aux conditions suivantes :

- Diffusivité thermique comprise entre  $0,01 \text{ cm}^2/\text{s}$  et  $1 \text{ cm}^2/\text{s}$ ,
- Epaisseur de plaque inférieure à 1 mm,
- Rayon du faisceau laser millimétrique.

#### 2.2.3.3. Variation de la valeur et de la fréquence du déphasage minimal ( $\varphi_{\min}$ , $f_{\min}$ ), en fonction de la diffusivité thermique et de l'épaisseur de la plaque et du rayon du faisceau laser

L'étude de sensibilité réalisée au préalable nous a conduit à nous intéresser plus particulièrement à la variation du déphasage minimal ( $\varphi_{\min}$ ) et de la fréquence ( $f_{\min}$ ) à laquelle se produit ce déphasage en fonction de la diffusivité thermique ( $D$ ), de l'épaisseur de la plaque ( $L$ ) et du rayon de faisceau laser ( $r_0$ ) (cf. figures 2.14 et 2.15). En utilisant l'ajustement analytique, nous déterminons les fonctions analytiques qui sont les meilleures représentations des relations entre ces paramètres. Le coefficient de détermination  $r_D$  est



un indice de la qualité de l'ajustement de la courbe analytique aux points mesurés. Plus  $r_D$  est proche de 1, meilleur est l'ajustement. Les ajustements présentés sur les figures 2.14 et 2.15 sont les meilleurs ajustements possibles pour ces courbes. Le coefficient  $r_D$  est déterminé par:

$$r_D = \frac{\sum (x - \bar{x})(y - \bar{y})}{\sqrt{\sum (x - \bar{x})^2 \sum (y - \bar{y})^2}} \text{ où } x, y \text{ sont les écarts, selon les 2 axes (par exemple}$$

sur la figure 2.14,  $x = L$  ou  $r_0^{-1}$ ,  $y = |\varphi_{\min}|$ ), entre la courbe d'ajustement et les données à ajuster;  $\bar{x}$ ,  $\bar{y}$  sont les moyennes des écarts.

Les données de la modélisation (points bleu) en figures 2.14 et 2.15 sont déterminées à partir des figures 2.11 à 2.13. Les courbes de régression sont obtenues par le logiciel Excel.

#### ➤ Relations entre $L$ , $r_0$ et $\varphi_{\min}$

La figure 2.14 montre que le déphasage minimal varie comme une fonction exponentielle de l'épaisseur de la plaque et de l'inverse du rayon du faisceau laser. Le coefficient  $r_D$  indique un très petit décalage entre les valeurs modélisées et les valeurs de la régression analytique, décalage qui pourra être corrigé par un coefficient de correction. Cette régression analytique est valable quels que soient l'épaisseur de la plaque et le rayon du faisceau laser. Les relations entre  $\varphi_{\min}$ ,  $L$  et  $r_0^{-1}$  peuvent être écrites sous les formes:

$$|\varphi_{\min}| = 90 \exp(-\zeta_{r_0} L) \quad (2-28)$$

$$|\varphi_{\min}| = 90 \exp(-\zeta_L r_0^{-1}) \quad (2-29)$$

Où  $\zeta_{r_0}$  et  $\zeta_L$  sont des coefficients qui ne dépendent respectivement que de  $r_0$  et  $L$ .

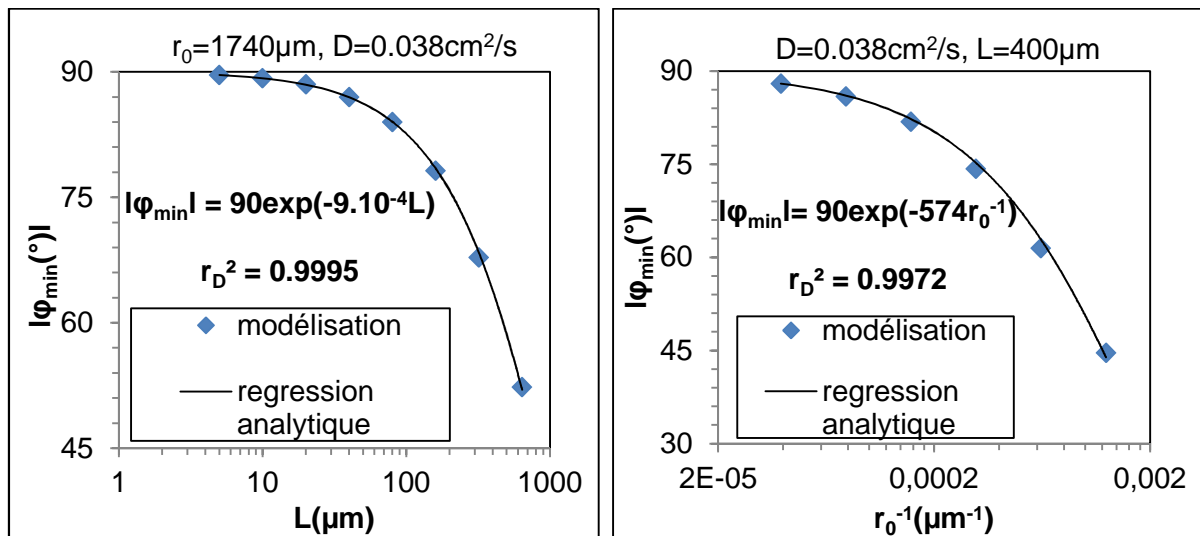


Figure 2.14. Déphasage minimal en fonction de l'épaisseur de la plaque et de l'inverse du rayon de faisceau laser

➤ **Relations entre  $D$ ,  $L$ ,  $r_0$  et  $f_{\min}$**

La figure 2.15 montre que la fréquence au déphasage minimal varie linéairement en fonction de la diffusivité thermique de la plaque, de l'inverse de l'épaisseur de la plaque et de l'inverse du rayon du faisceau laser. Les relations entre  $f_{\min}$ ,  $D$ ,  $L$  et  $r_0$  peuvent être écrites sous les formes:

$$f_{\min} = \zeta_{\eta,L} \cdot D \quad (2-30)$$

$$f_{\min} = \zeta_{\eta,D} \cdot L^{-1} \quad (2-31)$$

$$f_{\min} = \zeta_{L,D} \cdot r_0^{-1} \quad (2-32)$$

Où  $\zeta_{\eta,L}$ ,  $\zeta_{\eta,D}$  et  $\zeta_{L,D}$  sont des coefficients qui dépendent de  $D$ ,  $L$  et  $r_0$

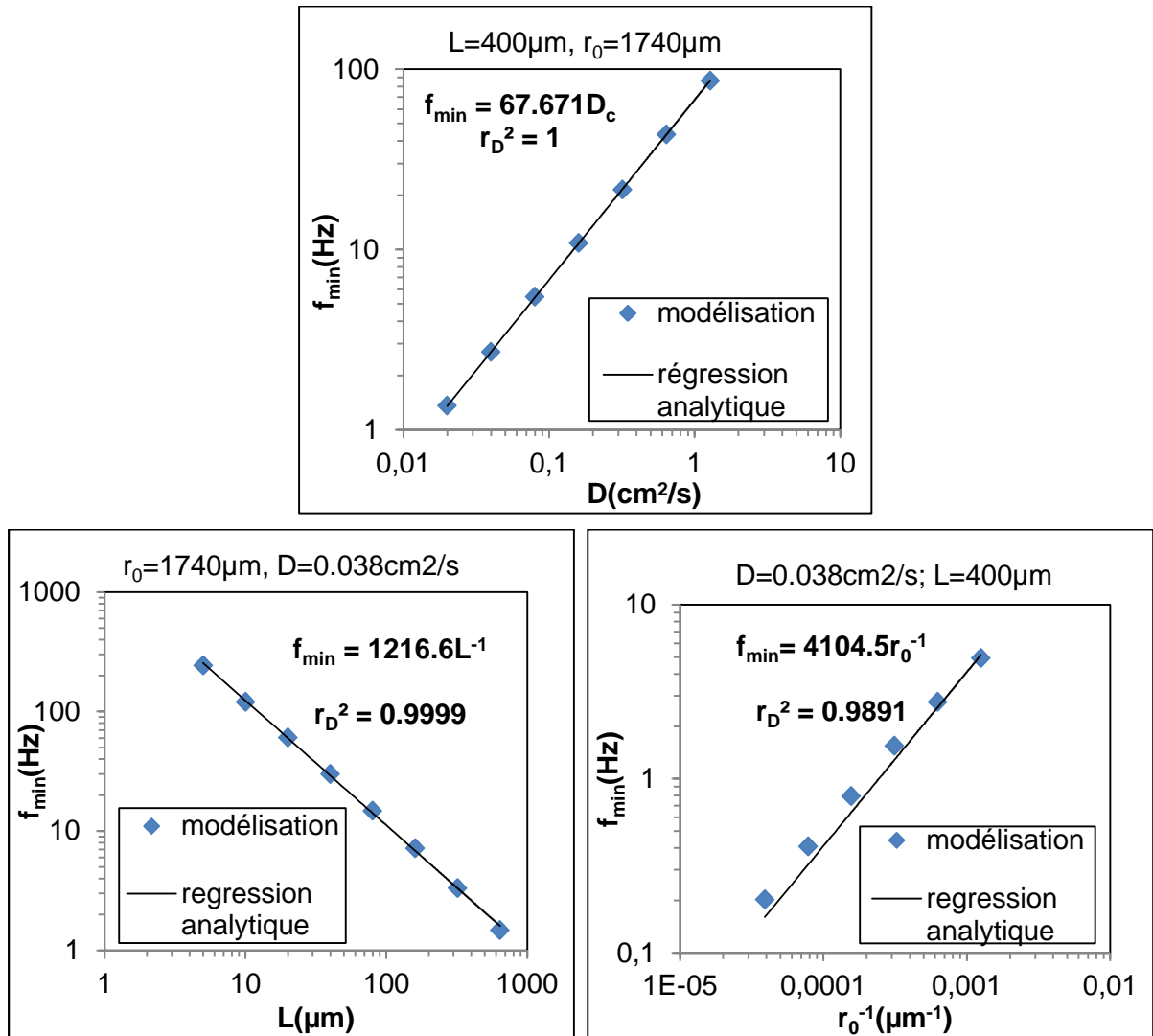


Figure 2.15. Fréquence au déphasage minimal en fonction de la diffusivité thermique, de l'épaisseur de la plaque et de l'inverse du rayon de faisceau laser

Le coefficient  $r_D$  indique que la fonction d'ajustement analytique pour la variation de rayon de faisceau laser (2-30) n'est pas aussi précise que pour la variation de l'épaisseur et de la diffusivité thermique (2-31, 2-32). On peut utiliser un autre ajustement analytique plus précis mais la fonction obtenue sera beaucoup plus compliquée. Nous en restons à des relations simples et le décalage de la fonction d'ajustement sera corrigé par des coefficients de correction.

#### 2.2.3.4. Détermination des relations simples

A partir des équations de 2-28 à 2-32, nous déterminons les relations entre les paramètres diffusivité thermique, épaisseur, rayon de faisceau laser, valeur et fréquence du déphasage minimal.

##### ➤ Détermination de l'épaisseur de la plaque L

A partir de (2-28) et (2-29), on obtient:

$$|\varphi_{min}| = 90 \exp\left(-\zeta_{\varphi} L r_0^{-1}\right) \quad (2-33)$$

A partir de (2-30), (2-31) et (2-32), on obtient:

$$f_{min} = \zeta_f D L^{-1} r_0^{-1} \quad (2-34)$$

Où  $\zeta_{\varphi}$ ,  $\zeta_f$  sont respectivement les coefficients de correction de  $\varphi_{min}$  et  $f_{min}$ . Ils dépendent de la valeur de  $\varphi_{min}$  et du rapport  $r_0/L$  (cf. figure 2.16).

Pour déterminer l'épaisseur de la plaque, (2-33) permet d'établir la relation suivante:

$$L = \frac{r_0}{\zeta_{\varphi}} \ln \frac{90}{|\varphi_{min}|} \quad \text{avec une précision de plus de 99\%} \quad (2-35)$$

Où  $\varphi_{min}(^\circ)$  est le déphasage minimal; L(m) est l'épaisseur de la plaque;  $r_0(m)$  est le rayon du faisceau laser en 1/e intensité;  $\zeta_{\varphi}$  est un coefficient qui dépend de  $\varphi_{min}$

Avec une précision proche de 95%, la formule (2-35) peut être simplifiée par :

$$L = \frac{2}{3} r_0 \ln \frac{90}{|\varphi_{min}|}$$

La relation (2-35) est une optimisation d'une relation établie dans la thèse précédente<sup>81</sup>:

$$L = r_0 (0,227\varphi_{min}^3 + 57,856\varphi_{min}^2 + 5688,2\varphi_{min} + 208620)10^{-5} \quad (2-36)$$

Avec  $\varphi_{min}$  en  $^\circ$  ; L en m ;  $r_0$  en m

La relation (2-35) est obtenue à partir d'une régression logarithmique, et la relation (2-36) est déterminée par une régression polynomiale. La relation (2-35) est plus simple, et plus

précise avec le coefficient de correction  $\zeta_\varphi$ . La formule (2-36) a une précision équivalente à celle de la formule  $L = \frac{2}{3} r_0 \ln \frac{90}{|\varphi_{min}|}$ .

### ➤ Détermination de la diffusivité thermique D

Pour déterminer la diffusivité thermique de la plaque, nous avons la relation:

$$D = \frac{I}{\zeta_f} f_{min} L r_0 \quad \text{avec une précision de plus de 99\%} \quad (2-37)$$

Où  $f_{min}(\text{Hz})$  est la fréquence au déphasage minimal;  $\zeta_f$  est un coefficient qui dépend de  $\varphi_{min}$

De (2-35) et (2-37), on obtient:

$$D = \frac{r_0^2}{\zeta_f \zeta_\varphi} f_{min} \ln \frac{90}{|\varphi_{min}|} \quad \text{avec une précision de plus de 99\%} \quad (2-38)$$

Le rayon du laser  $r_0$  est mesuré avant d'effectuer les mesures de déphasage. Pour déterminer la diffusivité thermique, l'épaisseur de la plaque peut être calculée auparavant par la formule (2-35).

### ➤ Valeurs des coefficients $\zeta_\varphi$ et $\zeta_f$

Afin de déterminer les coefficients  $\zeta_\varphi$  et  $\zeta_f$ , nous appliquons les relations (2-35) et (2-37) à plusieurs cas d'étude sur les différentes épaisseurs, diffusivités thermiques et rayons du faisceau laser. Les résultats sont présentés en figure 2.16 avec une précision de plus de 99%. Les domaines de validité seront précisés dans le paragraphe suivant.

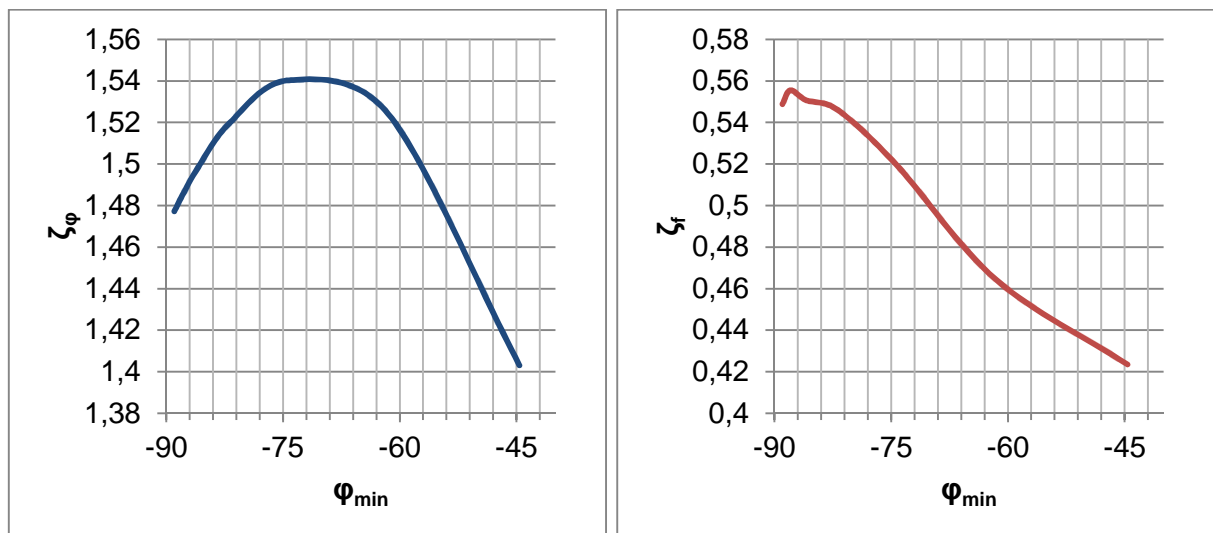


Figure 2.16. Valeurs de coefficients  $\zeta_\varphi$  et  $\zeta_f$  en fonction de  $\varphi_{min}$

### 2.2.3.5. Limite d'application des relations simples

Les coefficients  $\zeta_\varphi$  et  $\zeta_f$  ne dépendent pas des propriétés thermiques, ils dépendent seulement du déphasage minimal  $\varphi_{min}$ . La figure 2.17 montre que déphasage minimal n'est correctement observé que dans l'intervalle  $-45^\circ$  à  $-90^\circ$ . **Il en résulte que les formules (2-35)**

**et (2-37) sont limitées au domaine  $2 \leq \frac{r_0}{L} \leq 100$**

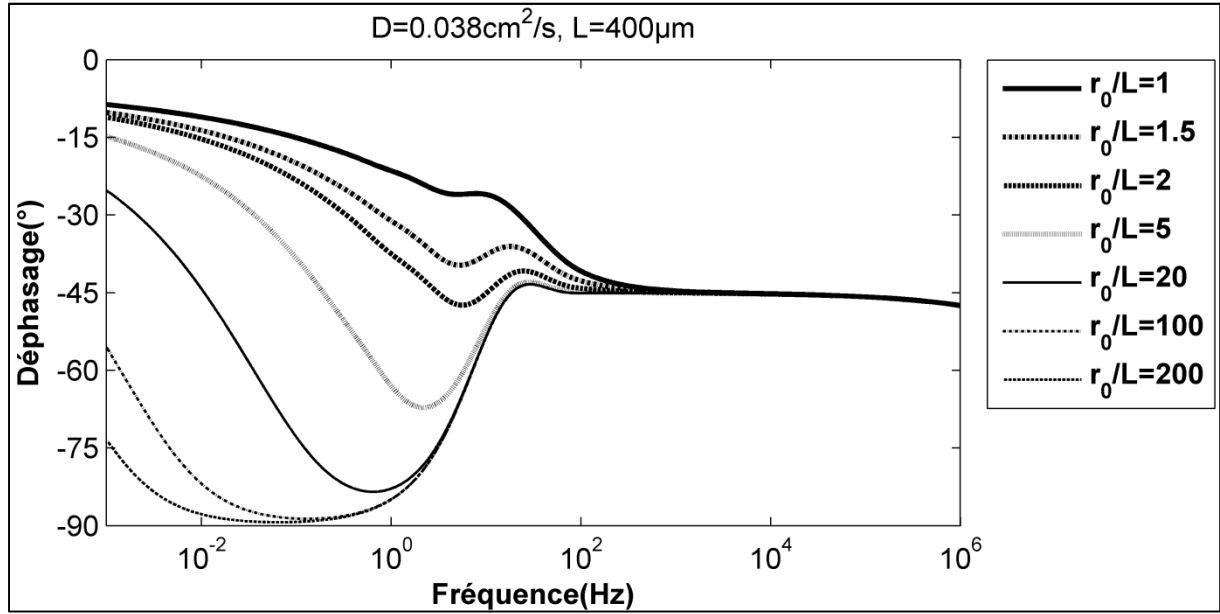


Figure 2.17. Déphasage en fonction de la fréquence pour différentes valeurs du rapport  $r_0/L$ .  
Cas d'une plaque Inox.

## 2.3. Application au cas d'une plaque épaisse $L \gg r_0$

Le modèle thermique d'une couche sur un substrat, traité en partie 2.1, peut être transformé en un modèle pour un solide de grande épaisseur en prenant  $L_c$  très grande ( $L_c \gg r_0$  et  $L_c \gg (D \cdot t)^{0.5}$ ). La couche est alors si épaisse que la conduction de chaleur ne peut pas atteindre le substrat. Les paramètres du substrat n'ont pas d'influence sur la température de la face avant, et dans ce cas, la température de chauffage de l'équation (2-21) peut être simplifiée sous la forme suivante:

$$\Delta \tilde{T}_n(z=0, r) = \frac{\alpha(1-R_c) \tilde{I}_n}{k} \int_0^\infty \frac{\Theta(\xi) \left( 1 - \frac{\alpha}{\sqrt{\xi^2 - 2\pi \cdot i \cdot n \cdot f \cdot \rho c / k}} \right)}{\xi^2 - \alpha^2 - 2\pi \cdot i \cdot n \cdot f \cdot \frac{\rho c}{k}} J_0(\xi r) d\xi \quad (2-39)$$

### 2.3.1. Analyse de sensibilité des paramètres

L'analyse de sensibilité du déphasage  $\Delta\varphi = a \tan(\text{Re}al(\Delta T_l)/\text{Im}ag(\Delta T_l))$  est présentée en figure 2.18. Nous étudions le cas d'un bloc de titane qui est chauffé par un faisceau focalisé gaussien de  $r_0=100\mu\text{m}$  (en 1/e intensité).

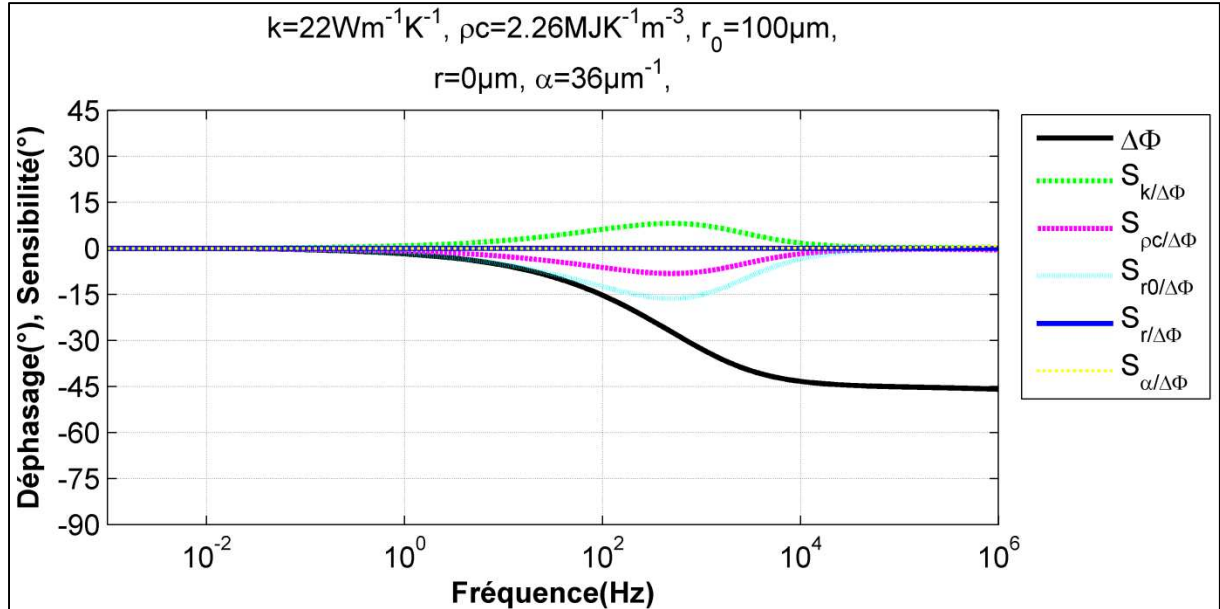


Figure 2.18. Déphasage et sensibilité des paramètres sur le déphasage d'un solide de grande épaisseur

Comme dans le cas d'une plaque, les valeurs de la sensibilité du déphasage à la conductivité thermique et à la capacité calorifique sont équivalentes et leur influence peut être rassemblée en un seul paramètre : le ratio  $k/\rho c$ , soit la diffusivité thermique  $D$ . Les sensibilités aux paramètres  $r$  et  $\alpha$  sont négligeables pour les matériaux opaques, absorbants surfaciques et pour une mesure au centre du faisceau laser ( $r \leq r_0/2$ ).

Seuls la diffusivité thermique et le rayon du faisceau laser ont une influence sur la courbe de déphasage comme on peut voir sur l'équation (2-34). Les influences de la diffusivité thermique de la couche et du rayon du faisceau laser sont maximales au déphasage -22,5°.

### 2.3.2. Etude multiparamétrique

Nous traçons en figure 2.19 et 2.20 la variation des courbes de déphasage pour différentes valeurs de la diffusivité thermique et du rayon du faisceau laser. On peut voir que la courbe de déphasage se déplace suivant l'axe de la fréquence quand  $r_0$  et  $D$  varient. Les

courbes de déphasage varient de façon très simple, elles décroissent de  $0^\circ$  à  $-45^\circ$  respectivement des basses fréquences vers les hautes fréquences.

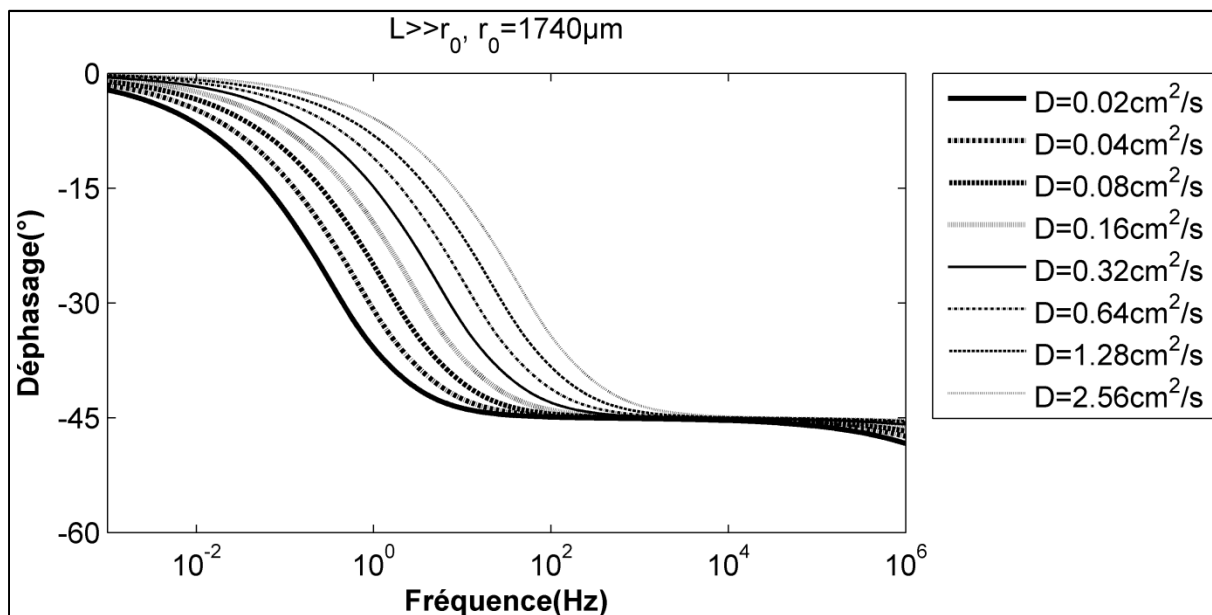


Figure 2.19. Déphasage en fonction de la fréquence pour différentes valeurs de la diffusivité thermique. Cas d'une plaque épaisse  $L \gg r_0$

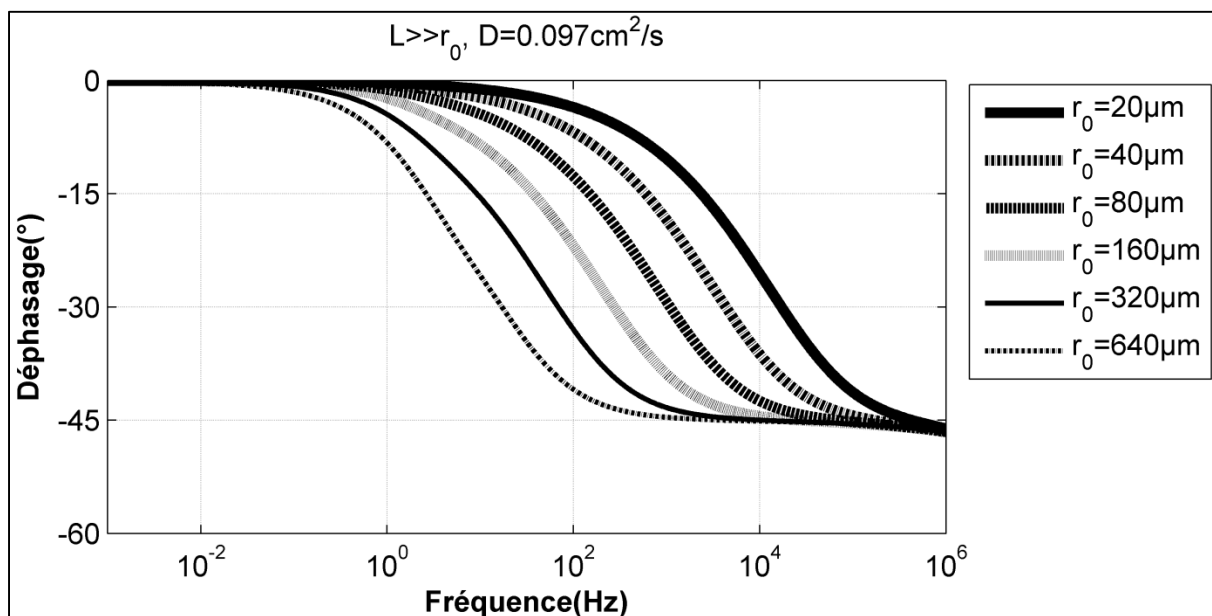


Figure 2.20. Déphasage en fonction de la fréquence pour différentes valeurs du rayon de faisceau laser. Cas d'une plaque épaisse  $L \gg r_0$

Pour mieux identifier qualitativement le déplacement des courbes de déphasage, nous traçons en figure 2.21 les courbes montrant la variation de la fréquence au déphasage  $-22.5^\circ$  ( $f_{-22.5^\circ}$ ) en fonction de la diffusivité thermique et du rayon de faisceau laser.

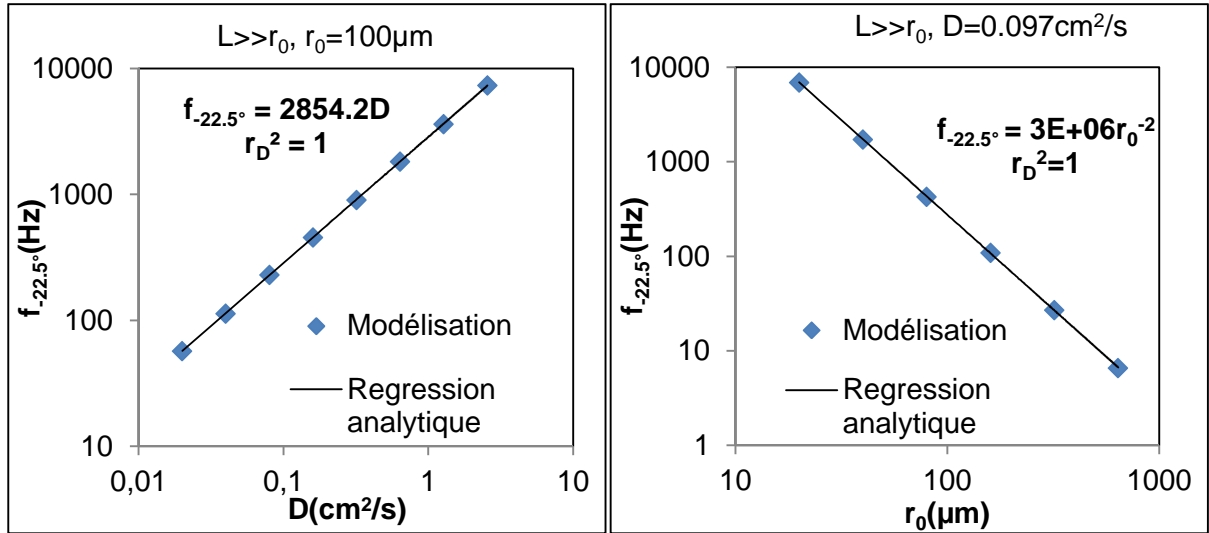


Figure 2.21. Fréquence au déphasage  $-22.5^\circ$  en fonction de la diffusivité thermique de la couche et du rayon de faisceau laser

Nous utilisons la même méthode de détermination de formule simple que dans la partie 2.2. Par ajustement analytique, les relations entre ces paramètres sont déterminées:

$$f_{-22.5^\circ} = \zeta_{r_0} \cdot D \quad (2-40)$$

$$f_{-22.5^\circ} = \zeta_D \cdot r_0^{-2} \quad (2-41)$$

Où  $\zeta_{r_0}$  et  $\zeta_D$  sont les coefficients qui dépendent respectivement de  $r_0$  et  $D_c$

De (2-40) et (2-41) on a:

$$f_{-22.5^\circ} = 28,54 \cdot 10^6 D \cdot r_0^{-2}$$

La diffusivité thermique d'un solide de grande épaisseur peut être déterminée via la fréquence correspondant au déphasage égal à  $-22,5^\circ$ :

$$\Rightarrow D = 3,5 \cdot 10^{-8} f_{-22.5^\circ} \cdot r_0^2 \quad \text{avec une précision supérieure à 95\%}$$

## 2.4. Application pour le cas d'une couche sur un substrat semi-infini

Dans plusieurs échantillons, le substrat a une épaisseur qui est très grande devant l'épaisseur de la couche. Pour simplifier les études sur ce type d'échantillons, nous considérons que l'épaisseur du substrat est infinie. L'amplitude de la variation de la température surfacique de la couche peut alors être écrite sous la forme suivante<sup>57</sup>:



$$\Delta \tilde{T}_n(z=0, r) = \frac{\alpha_c(1-R_c)\tilde{I}_n}{k_c} \int_0^\infty \frac{\Theta(\xi)}{\xi^2 - \alpha_c^2 - 2\pi \cdot i \cdot n \cdot f \cdot \frac{\rho_c c_c}{k_c}} \times J_0(\xi r) \times$$

$$\times \left[ \frac{2\alpha_c e^{-\Psi_c L_c} \left( (e^{-\alpha_c L_c} - e^{-\Psi_c L_c}) (1 + R k_s \Psi_s) + \left( e^{-\Psi_c L} - \frac{\Psi_c}{\alpha_c} e^{-\alpha_c L_c} \right) \frac{k_s \Psi_s}{k_c \Psi_c} \right)}{\Psi_c \left( (1 + e^{-2\Psi_c L_c}) \frac{k_s \Psi_s}{k_c \Psi_c} + (1 - e^{-2\Psi_c L_c}) (1 + R k_s \Psi_s) \right)} + 1 - \frac{\alpha_c}{\Psi_c} \right] d\xi \quad (2-43)$$

Pour faciliter l'analyse de sensibilité et l'étude multiparamétrique, nous allons étudier différents cas de ce modèle suivant la condition du contact thermique entre la couche et le substrat et suivant le rapport entre l'épaisseur de la couche et le rayon du faisceau laser (chauffage 1D ou 3D). Trois cas du contact thermique sont distingués : isolant thermique parfait ( $R=\infty$ ), contact thermique intermédiaire ( $R$ ) et contact thermique parfait ( $R=0$ ). Le cas d'isolant thermique parfait est équivalent au cas de la plaque étudié au paragraphe 2.2.

## 2.4.1. Contact thermique parfait entre la couche et le substrat

Le contact thermique parfait signifie que la résistance thermique  $R$  est nulle ( $R=0$ ) et que le flux thermique est totalement transféré sur le substrat par conduction. A partir de (2-21) et en posant  $R=0$ , la variation de la température surfacique peut alors être réduite sous la forme suivante<sup>57</sup>:

$$\Delta \tilde{T}_n(z=0, r) = \frac{\alpha_c(1-R_c)\tilde{I}_n}{k_c} \int_0^\infty \frac{\Theta(\xi)}{\xi^2 - \alpha_c^2 - 2\pi \cdot i \cdot n \cdot f \cdot \frac{\rho_c c_c}{k_c}} \times J_0(\xi r) \times$$

$$\times \left[ \frac{2\alpha_c e^{-\Psi_c L_c} \left( (e^{-\alpha_c L_c} - e^{-\Psi_c L_c}) + \left( e^{-\Psi_c L} - \frac{\Psi_c}{\alpha_c} e^{-\alpha_c L_c} \right) \frac{k_s \Psi_s}{k_c \Psi_c} \right)}{\Psi_c \left( (1 + e^{-2\Psi_c L_c}) \frac{k_s \Psi_s}{k_c \Psi_c} + (1 - e^{-2\Psi_c L_c}) \right)} + 1 - \frac{\alpha_c}{\Psi_c} \right] d\xi \quad (2-44)$$

### 2.4.1.1. Analyse de sensibilité des paramètres

La sensibilité des paramètres dans le cas du contact thermique parfait est plus complexe que dans le cas du contact thermique isolant car l'amplitude et le déphasage dépendent d'un plus grand nombre de paramètres. Cette analyse de sensibilité sera divisée en deux cas qui dépendent du rapport entre le rayon du faisceau laser et l'épaisseur de la couche:

- une couche mince micrométrique qui a une épaisseur beaucoup plus petite que le rayon du faisceau laser ( $r_0 \gg L_c$ ) (figure 2.18),
- une couche d'épaisseur comparable au rayon du faisceau laser (figure 2.19),

Dans cette analyse de sensibilité, nous avons fait un changement de paramètre thermique pour l'expression analytique de l'amplitude thermique. C'est-à-dire nous avons étudié la diffusivité thermique ( $D_c$ ,  $D_s$ ) et l'effusivité thermique ( $E_c$ ,  $E_s$ ) qui sont les combinaisons des paramètres conductivité thermique et capacité thermique ( $D=k/\rho c$  et  $E=(k.\rho c)^{1/2}$ ).

Les valeurs utilisées pour les analyses de sensibilité dans cette partie 2.4 sont présentées dans le tableau 2.3. Ces valeurs correspondent à une couche de titane sur un substrat de fer. Les valeurs de l'épaisseur et du rayon du faisceau laser seront présentées dans les sous-paragraphe suivants.

*Tableau 2.3. Paramètres utilisés pour l'analyse de sensibilité et l'étude multiparamétrique.*

*Contact thermique parfait entre couche et substrat*

| $D_c$<br>(cm <sup>2</sup> /s) | $E_c$<br>(kW s <sup>1/2</sup> m <sup>-2</sup> K <sup>-1</sup> ) | $D_s$<br>(cm <sup>2</sup> /s) | $E_s$<br>(kW s <sup>1/2</sup> m <sup>-2</sup> K <sup>-1</sup> ) | $\alpha$<br>(μm <sup>-1</sup> ) | $P$<br>(W) | $R_c$ |
|-------------------------------|---|-------------------------------|---|---------------------------------|------------|-------|
| 0.097                         | 7   | 0.241                         | 16.3  | 20                              | 10         | 0.65  |

#### **2.4.1.1.1. Cas 1 : $r_0 \gg L$ (chauffage 1D)**

Pour  $r_0 \gg L$ , la figure 2.22 montre qu'à basses fréquences ( $f < 50$ Hz), les influences de la diffusivité thermique du substrat et du rayon du faisceau laser sont beaucoup plus importantes que celles des autres paramètres; de plus, les sensibilités de ces deux paramètres sont maximales pour la valeur -22,5° du déphasage. Par contre à plus hautes fréquences ( $f > 100$ Hz), les influences de ces deux paramètres sont négligeables et les impacts de l'épaisseur, de la diffusivité thermique, de l'effusivité thermique de la couche et de l'effusivité thermique du substrat deviennent plus importantes. Mais, au déphasage maximal (marque rouge sur la figure 2.22), les sensibilités de l'épaisseur et de la diffusivité thermique de la couche sont égales à zéro et seules l'effusivité thermique de la couche et celle du substrat ont une influence sur le déphasage maximal. De plus, les sensibilités de ces deux effusivités thermiques sont corrélées, donc leur influence peut être rassemblée en un seul paramètre, leur rapport. Dans la partie suivante (partie 2.4.1.2), nous allons détailler l'influence du rapport  $E_c/E_s$  sur ce déphasage maximal.

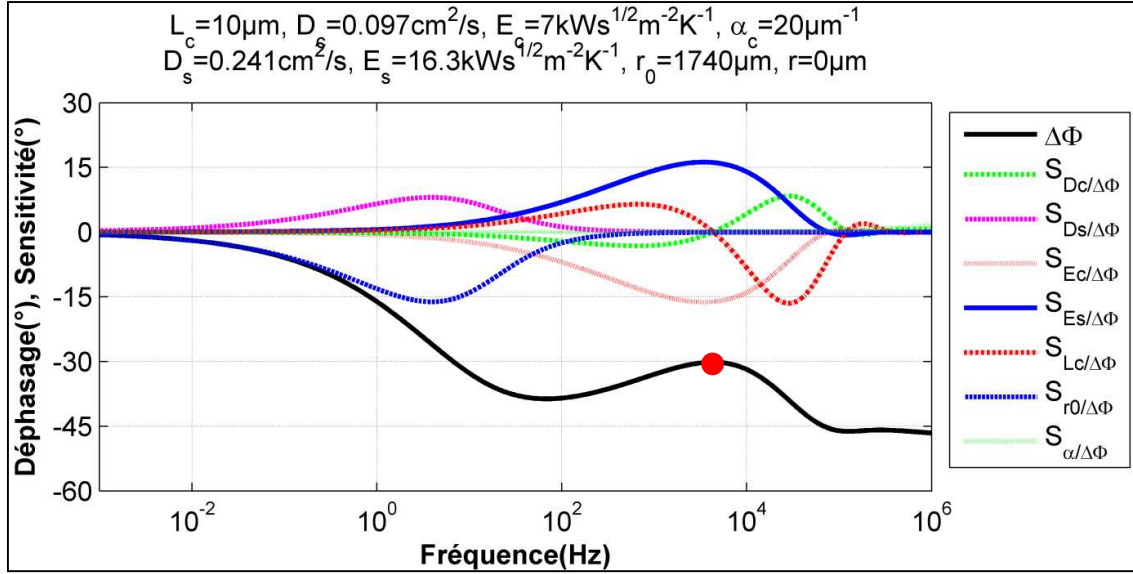


Figure 2.22. Déphasage et sensibilité d'une couche sur un substrat semi-infini dans le cas  $R=0$  et  $r_0 \gg L$

#### 2.4.1.1.2. Cas 2 : $r_0 \approx L$ (chauffage 3D)

Quand la valeur de l'épaisseur de la couche approche la valeur du rayon de faisceau laser  $r_0 \approx L$  (figure 2.23), la variation de la courbe de déphasage en fonction de la fréquence devient plus simple (le déphasage décroît de  $0^\circ$  à  $-45^\circ$  avec deux asymptotes à  $0^\circ$  et  $-45^\circ$ ), mais l'influence des paramètres est toujours complexe. Tous les paramètres ont des influences sur la partie décroissante de la courbe et n'ont pas influence sur les parties asymptotes à  $0^\circ$  et  $-45^\circ$ . Dans cette situation, nous n'avons pas de point particulier, la caractérisation peut être réalisée par l'ajustement des paramètres, mais s'avèrera très difficile, et surtout ambiguë, car il pourra être possible de trouver plusieurs combinaisons de valeurs qui donnent la même courbe de déphasage.

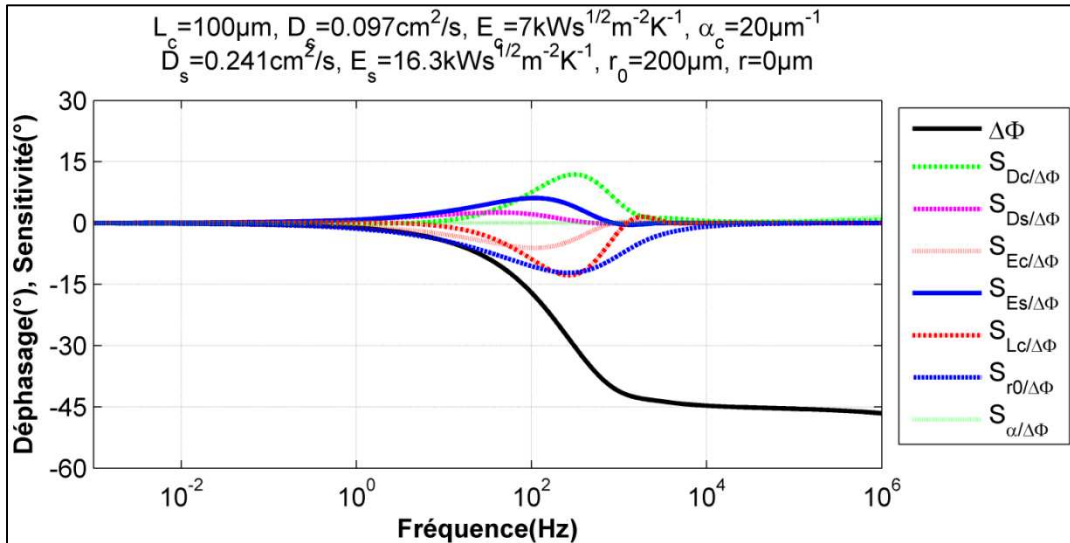


Figure 2.23. Déphasage et sensibilité d'une couche sur un substrat.  $R=0$ ,  $r_0 \approx L$

### 2.4.1.2. Etude multiparamétrique sur le déphasage, cas 1 : $r_0 \gg L$ (chauffage 1D)

Dans la partie 2.4.1.1.1, on a conclu que le déphasage maximal (marque rouge en figure 2.22) ne dépendait que du rapport  $E_c/E_s$  pour  $r_0 \gg L$ . On va maintenant tracer plusieurs courbe de déphasage avec différentes valeurs du rapport  $E_c/E_s$  pour détailler des influences de ce rapport sur le déphasage extrême. Les courbes sont présentées en figure 2.24.

Nous pouvons observer sur cette figure que, quand le rapport  $E_c/E_s$  devient supérieur à un, le déphasage maximal est transformé en déphasage minimal (marques rouges en figure 2.24). Ce déphasage minimal présente la même caractéristique que le déphasage maximal quand  $E_c/E_s < 1$  (partie 2.4.1.1.1). C'est-à-dire que seuls  $E_c$  et  $E_s$  ont une influence sur cet extremum. Les points rouges sur la figure 2.24 montrent les positions du déphasage extrême.

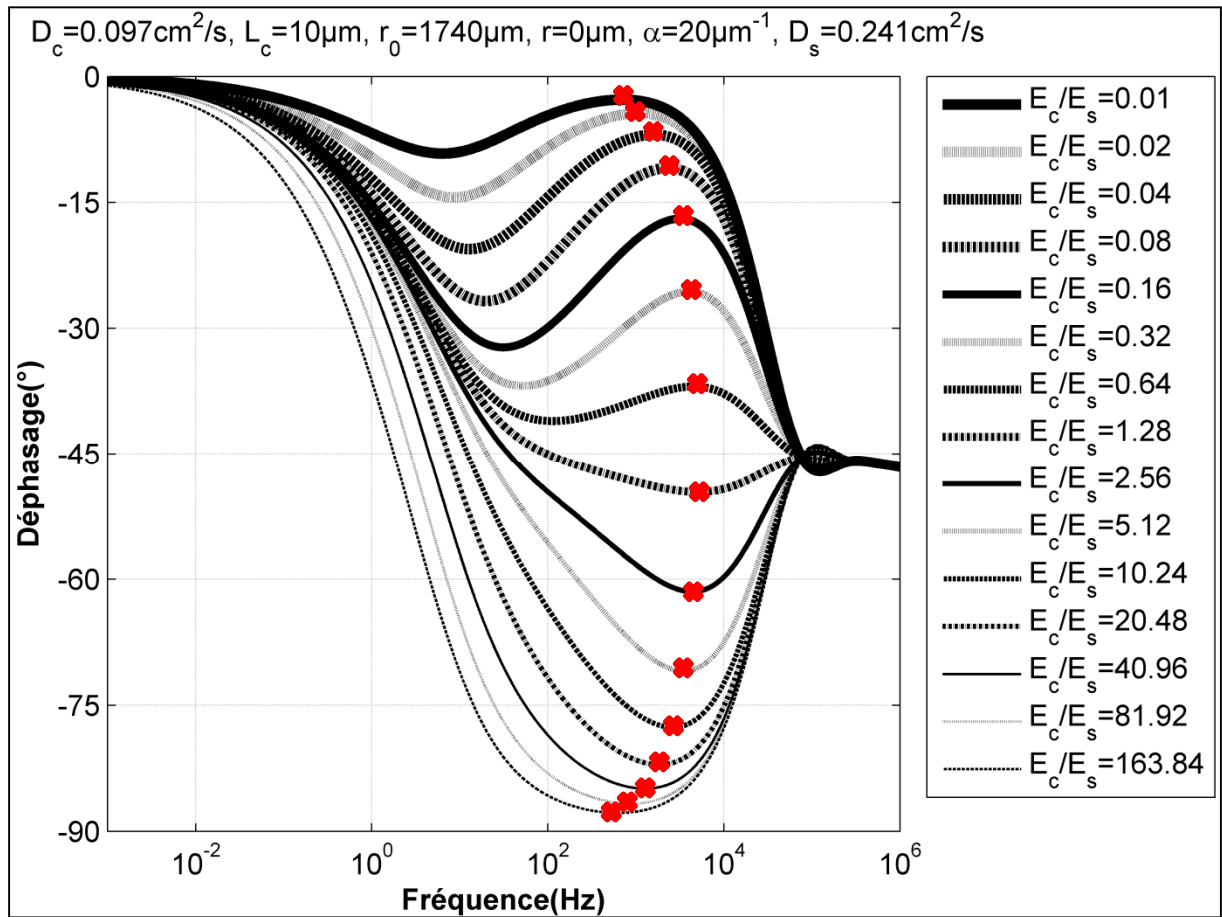


Figure 2.24. Déphasage en fonction de la fréquence pour différentes valeurs du rapport  $E_c/E_s$ . Contact thermique parfait ( $R=0$ ) et  $r_0 \gg L$ .

Ensuite, sur la figure 2.25, on a tracé les valeurs du rapport  $E_c/E_s$  en fonction du déphasage extrême ( $\varphi_{\text{extrême}}$ ):

En utilisant l'ajustement analytique, la relation entre le rapport  $E_c/E_s$  et le déphasage  $\varphi_{\text{extrême}}$  est déterminée avec plus de 95% de précision:

$$\Rightarrow \frac{E_c}{E_s} \cong -\tan(\varphi_{\text{extrême}})^{1.5} \quad \text{pour } L \ll r_0 \text{ et un contact thermique parfait} \quad (2-45)$$

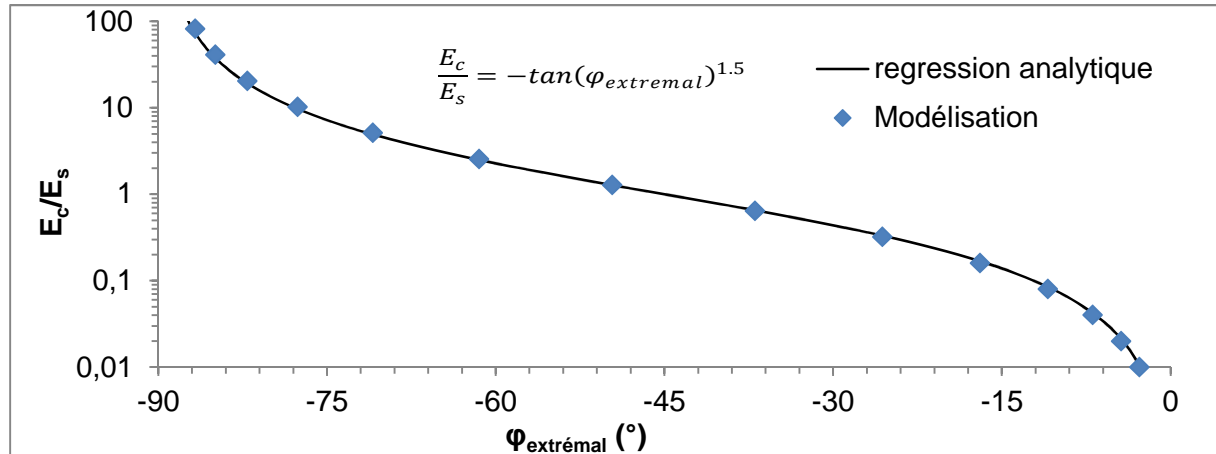


Figure 2.25. Rapport  $E_c/E_s$  en fonction du déphasage extrême. Contact thermique parfait ( $R=0$ ) et  $r_0 \gg L$ .

## 2.4.2. Contact thermique intermédiaire entre la couche et le substrat

C'est le cas le plus difficile pour la caractérisation thermique de la couche car l'influence de la résistance thermique est non négligeable devant celle des autres paramètres. Dans les deux cas  $r_0 \gg L$  et  $r_0 \approx L$ , les courbes de sensibilité des paramètres (cf. figure 2.26) n'ont pas de point particulier permettant la détermination de relations simples. La caractérisation du matériau de la couche peut alors être réalisée grâce à l'ajustement des paramètres par le modèle théorique, mais le résultat peut n'être pas unique car plusieurs combinaisons des paramètres peuvent donner des courbes de déphasage qui sont très proches (cf. figure 2.2).

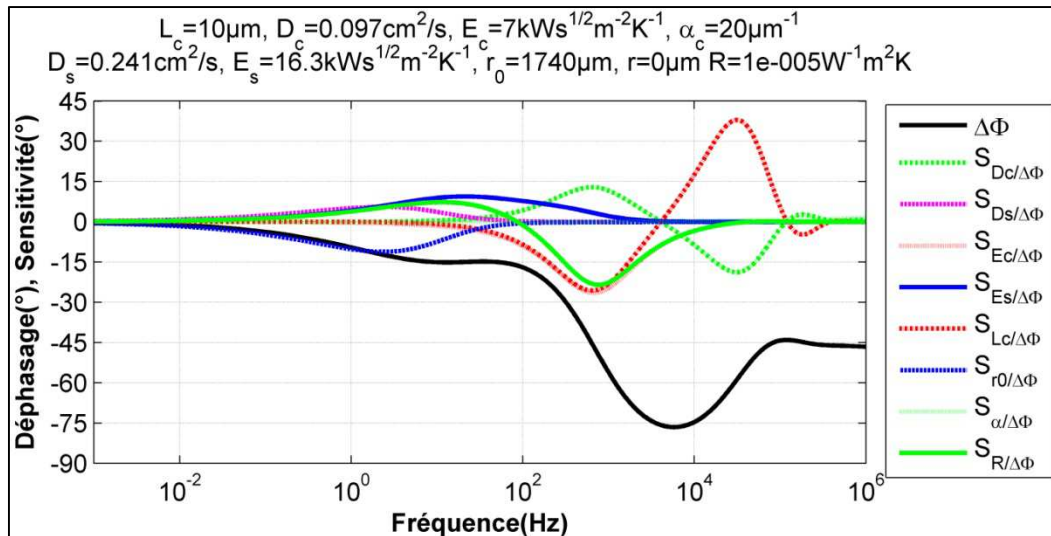


Figure 2.26. Déphasage et sensibilité d'une couche sur un substrat, contact thermique intermédiaire,  $r_0 > L$ .

## 2.5. Conclusions du chapitre 2

Les principaux résultats de modélisation obtenus dans ce chapitre sont résumés ci-dessous:

- Développement d'un modèle théorique pour le cas d'une couche sur un substrat avec une résistance thermique entre la couche et le substrat,
- Développement d'un modèle théorique pour le cas d'une plaque avec prise en compte des échanges thermiques par convection avec l'environnement,

Les deux modèles peuvent être utilisés pour déterminer les paramètres thermiques d'une couche ou d'une plaque par ajustement avec des résultats expérimentaux de mesure de déphasage entre le signal thermique de la couche et l'excitation laser en fonction de la fréquence de ce dernier. Toutefois, le résultat peut n'être pas unique car plusieurs combinaisons des paramètres peuvent donner des courbes de déphasage qui sont très proches (cf. figure 2.2).

- Réalisation d'analyses de sensibilité et d'études multiparamétriques dans les cas d'une plaque, d'un solide de grande épaisseur et d'une couche sur un substrat,
- Détermination de formules simples donnant d'une part les valeurs de la diffusivité thermique et de l'épaisseur d'une plaque, d'autre part le rapport entre les effusivités thermiques d'une couche et du substrat sur lequel est déposée cette couche.

Les formules simples établies dans ce chapitre sont résumées dans le tableau 2.4 et les figures 2.27-2.29.

Tableau 2.4. Bilan des résultats théoriques

| Plaque   | Plaque épaisse                            | Couche sur substrat,<br>contact thermique<br>parfait        |
|--|---|---|
| chauffage 3D   | chauffage 3D                              | chauffage 1D  |
| $r_0/100 \leq L \leq r_0/2$  | $L \gg r_0$                               | $L \ll r_0$   |
| $L = \frac{r_0}{\zeta_\varphi} \ln \frac{90}{ \varphi_{min} }$ $D_c = \frac{1}{\zeta_f} f_{min} L r_0$ | $D_c = 3,5.10^{-8} f_{-22,5^\circ} r_0^2$ | $\frac{E_c}{E_s} = -\tan(\varphi_{extr\acute{e}mal})^{1.5}$ |

➤ **Plaque**

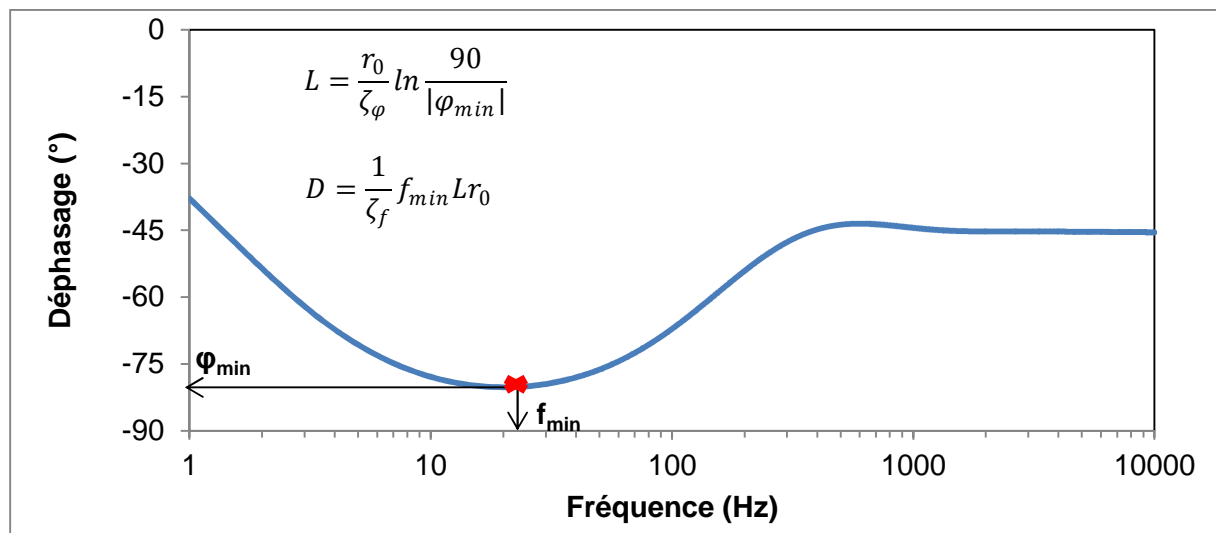
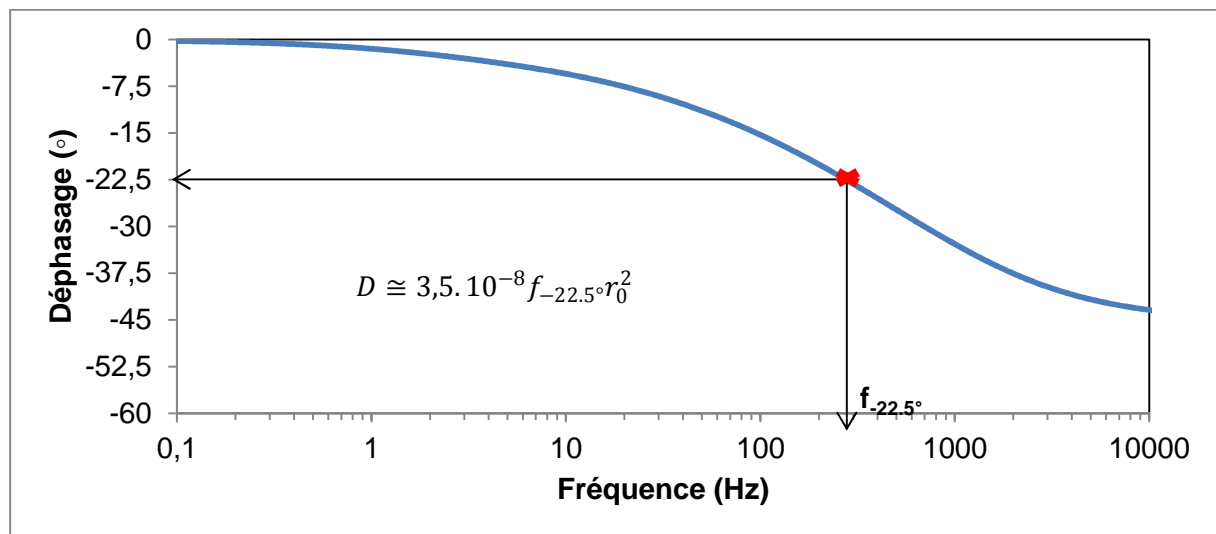


Figure 2.27. Détermination de l'épaisseur et de la diffusivité thermique d'une plaque

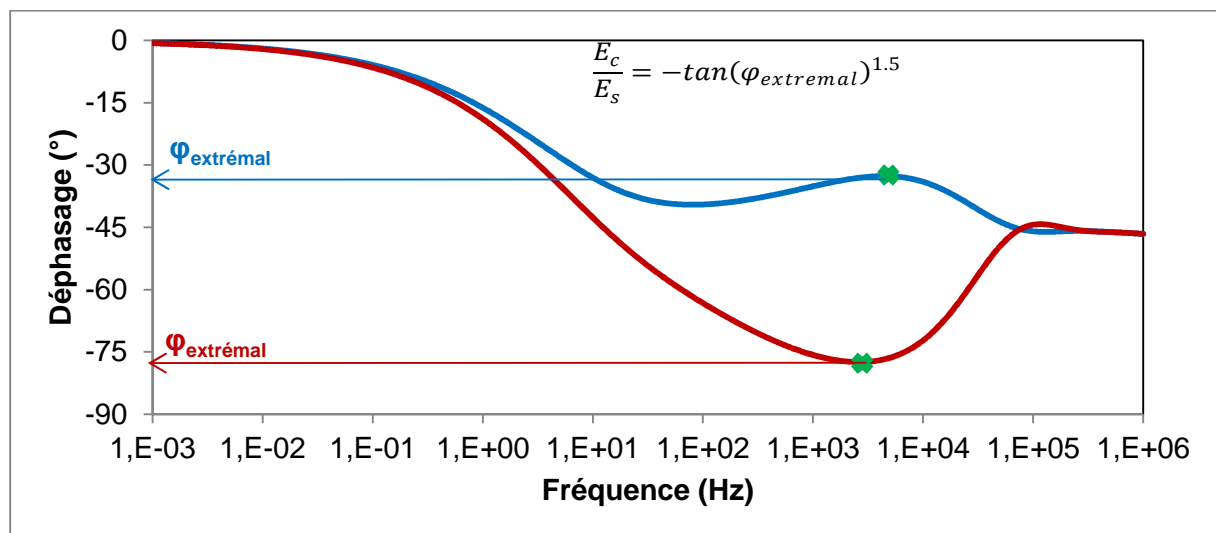
Dans le cas d'une plaque d'épaisseur comprise entre  $r_0/100$  et  $r_0/2$ , la méthode développée montre la capacité de mesurer sans contact et à distance l'épaisseur de la plaque et sa diffusivité thermique. Cette mesure peut aussi s'appliquer au cas d'une couche sur un substrat avec isolant thermique.

➤ **Plaque épaisse**



Dans ce cas, la forme de la courbe de déphasage est simple et la détermination de la fréquence  $f_{-22,5^\circ}$  est plus précise que la fréquence  $f_{\min}$ .

➤ **Couche/substrat – interface thermique parfait**



Dans le cas d'une couche d'épaisseur petite devant le rayon du faisceau laser ( $L \ll r_0$ ), la formule peut être appliquée pour les contacts couche-substrat qui sont thermiquement parfaits.



# Chapitre 3. Montage expérimental

|   |           |
|---|-----------|
| <b>3.1. LASER ET GENERATEUR DE FONCTION</b>   | <b>74</b> |
| 3.1.1. CARACTERISTIQUES GENERALES.....  | 74        |
| 3.1.2. MESURE DU RAYON DU FAISCEAU LASER .....  | 76        |
| 3.1.2.1. CALIBRATION.....   | 77        |
| 3.1.2.2. MESURE DU RAYON DU FAISCEAU LASER .....  | 79        |
| <b>3.2. DETECTEUR INFRAROUGE ET PHOTODIODE</b>  | <b>81</b> |
| 3.2.1. DETECTEUR INFRAROUGE .....   | 81        |
| 3.2.2. PHOTODIODE .....   | 83        |
| <b>3.3. SYSTEME OPTIQUE DE COLLECTION DU RAYONNEMENT INFRAROUGE</b>                           | <b>84</b> |
| <b>3.4. AMPLIFICATEUR A DETECTION SYNCHRONE</b>   | <b>86</b> |
| <b>3.5. PROCEDURE, REGLAGE ET CALIBRATION DU DEPHASAGE INTERNE DES DISPOSITIFS</b>            | <b>88</b> |
| 3.5.1. CALIBRATION DU DEPHASAGE INTERNE DU DETECTEUR INFRAROUGE ET DE LA PHOTODIODE .....     | 89        |
| 3.5.2. DEPHASAGE ENTRE LE SIGNAL LASER ET LE SIGNAL ELECTRIQUE.....                           | 90        |
| 3.5.3. REGLAGE ET MESURE DU DEPHASAGE ENTRE LE SIGNAL THERMIQUE ET LE SIGNAL ELECTRIQUE ..... | 92        |
| 3.5.3.1. REGLAGE .....  | 92        |
| 3.5.3.2. PROCEDURE DE MESURE.....   | 93        |
| <b>3.6. MESURE DE L'EPAISSEUR ET DE LA DIFFUSIVITE THERMIQUE</b>                              | <b>94</b> |
| <b>3.7. VERIFICATION DE LA MESURE DE DEPHASAGE</b>  | <b>95</b> |
| <b>3.8. CONCLUSION DU CHAPITRE 3</b>  | <b>96</b> |

Le schéma du dispositif expérimental est illustré sur la figure 3.1. Après une brève présentation générale, les paragraphes suivants détaillent ce dispositif.

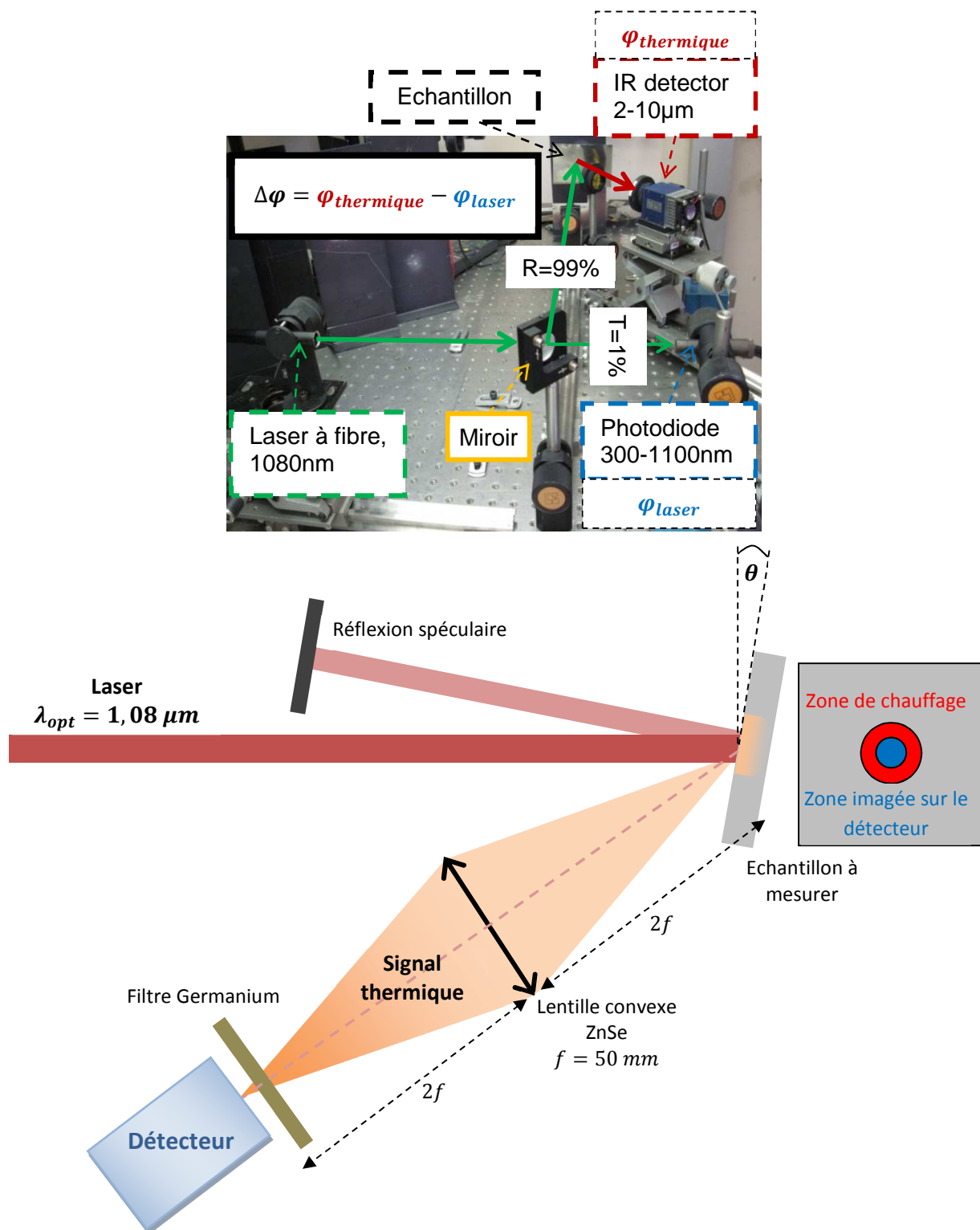


Figure 3.1. Schéma du montage expérimental

Nous avons utilisé le laser à fibre Manlight ML50-CWR-TKS de longueur d'onde 1080 nm pour chauffer l'échantillon avec une puissance moyenne de 5 W à 10 W. Cette puissance moyenne est modulée (modulation sinusoïdale). Le rayon du faisceau  $r_0$  au niveau de l'échantillon est égal à 1740  $\mu\text{m}$  (rayon à 1/e en intensité). Une lame séparatrice transmet 1% de la puissance du laser vers une photodiode qui permet d'acquérir le signal de référence temporelle du faisceau.

Le rayonnement thermique émis par l'échantillon est mesuré par un détecteur IR VIGO PVMI-3TE-10.6 dont plage spectrale utile s'étend de 2  $\mu\text{m}$  à 10  $\mu\text{m}$ . Une lentille convexe en ZnSe est utilisée pour imager la zone chauffée retenue sur la surface du détecteur de rayon 800 $\mu\text{m}$ . Un filtre de germanium, transmettant seulement les longueurs d'onde comprises entre 2  $\mu\text{m}$  et 14  $\mu\text{m}$ , a été placé devant le détecteur, afin d'éviter que la réflexion diffuse du laser ne perturbe la détection (car le détecteur a une sensibilité résiduelle à la longueur d'onde 1 $\mu\text{m}$ ).

Nous avons utilisé un amplificateur à détection synchrone SR530 pour déterminer le déphasage entre le signal lumineux du laser et le signal thermique :  $\Delta\varphi = \varphi_{\text{thermique}} - \varphi_{\text{laser}}$  pour différentes fréquences du laser. L'analyse de la courbe de déphasage en fonction de la fréquence permet de déterminer certaines propriétés de l'échantillon.

Le détecteur Vigo ayant une sensibilité maximale dans la plage spectrale de 6  $\mu\text{m}$  à 9  $\mu\text{m}$  (cf. paragraphe 3.2.1), nous avons choisi de chauffer l'échantillon jusqu'à une température entre 50°C et 200°C (la loi du déplacement de Wien donne un maximum de la courbe d'émission du corps noir à la longueur d'onde 8,9 $\mu\text{m}$  à 50°C et 6,1 $\mu\text{m}$  à 200°C). De plus, pour que les propriétés thermiques puissent être considérées comme constantes au cours de la mesure, l'amplitude de la variation de température en régime stationnaire est restée inférieure à 10K. La lentille en ZnSe est réglée de manière à imager sur le détecteur IR le flux thermique venant du centre de la zone chauffée en surface de l'échantillon; le rayon de la surface de mesure doit être inférieur à 50% du rayon de la surface de chauffage pour ne sonder qu'une zone de l'échantillon ayant une température très proche de la température du centre de la tache éclairée.

Pour éviter les retours de faisceau dans le laser, la surface de l'échantillon doit faire un angle faible  $\theta$  par rapport au plan perpendiculaire à l'axe incident. La taille du faisceau est alors multipliée par  $\cos\theta$  dans une direction. On choisit  $\theta$  faible ( $<10^\circ$ ) de façon à être dans le cadre de l'approximation  $\cos\theta \sim 1$  (cf. figure 3.1).

## 3.1. Laser et générateur de fonction

### 3.1.1. Caractéristiques générales

Le laser à fibre ML50-CWR-TKS et le générateur de signal périodique délivrant un signal de synchronisation sont présentés dans la figure 3.2. La sortie du générateur de fonction (impédance de sortie: 50  $\Omega$ ) est séparée en deux voies : une pour le fonctionnement du laser (impédance d'entrée : 50 $\Omega$ ) et l'autre pour l'utilisation comme le signal de référence de l'amplificateur à détection synchrone (impédance d'entrée: 1M $\Omega$ ). Le générateur de fonction peut produire un signal continu ou un signal modulé sinusoïdal, rectangulaire ou triangulaire, d'amplitude et de fréquence variables. La tension maximale du générateur électrique ne doit pas dépasser 5V et la fréquence ne doit pas dépasser 5kHz pour un fonctionnement correct du laser. Le laser ML50-CWR-TKS est un laser à fibre délivrant jusqu'à 50W de puissance de sortie en continu et jusqu'à 25W en alternatif (figure 3.3), avec une qualité de faisceau qui est proche de la limite de diffraction ( $M^2 < 1,1$ ). La conception tout-fibre garantit la robustesse du laser, sans pièce optique d'alignement. Les caractéristiques du laser sont présentées dans le tableau 3.1. Le laser dispose d'un faisceau rouge pour indiquer la direction du faisceau et pour faciliter le réglage avant les essais expérimentaux. Le faisceau laser est de type Gaussien avec une longueur d'onde centrale de 1080nm. Le rayon du faisceau laser, mesuré par une caméra CCD (Charge-Coupled Device), est égal à 1740 $\mu\text{m}$  (à 1/e en intensité); la procédure de mesure est détaillée dans la partie 3.1.2.

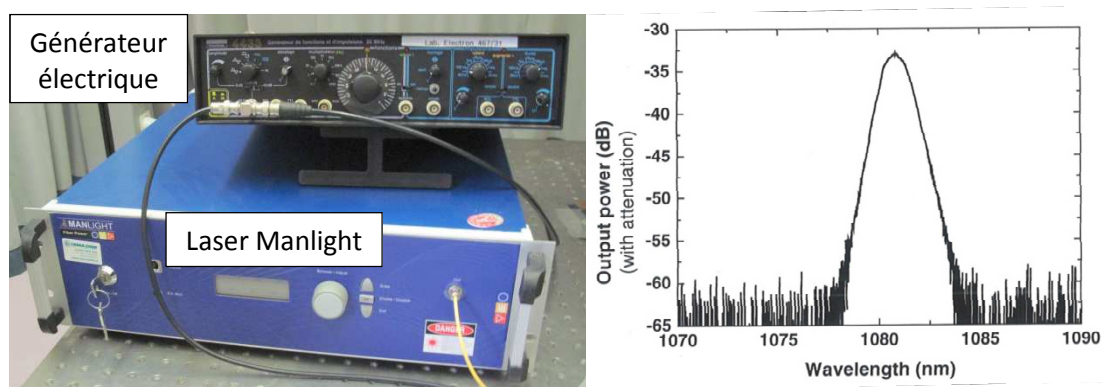


Figure 3.2. Laser à fibre ML50-CWR-TKS et générateur de fonction (gauche) et spectre optique délivré (droite)

La puissance du laser en régime alternatif dépend faiblement de la fréquence (figure 3.3). La variation de la puissance du laser restant très faible, on peut donc considérer que la température moyenne pendant le chauffage reste identique pour toutes les fréquences

testées de 1Hz à 1kHz; cela permet d'assurer que les propriétés thermiques du matériau restent constantes pendant toute la durée des mesures, ce qui est très important pour la précision des mesures.

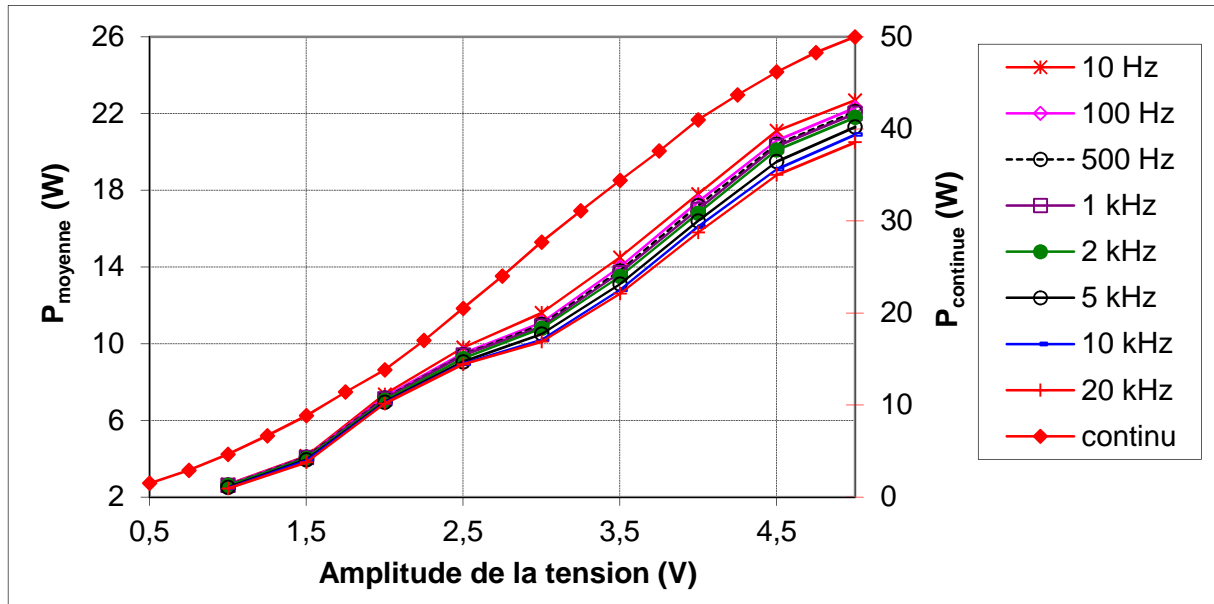


Figure 3.3. Puissance du laser ML50-CWR-TKS en fonction de la valeur de la tension, à différentes fréquences

Tableau 3.1. Caractéristiques du laser à fibre ML50-CWR-TKS

|                               |               |                 |
|-------------------------------|---------------|-----------------|
| Dimension                     | mm            | 448x451x132     |
| Mode d'opération              |               | Continu, modulé |
| Puissance nominale            | W             | 50              |
| Longueur d'onde centrale      | Nm            | 1080            |
| Qualité de faisceau ( $M^2$ ) |               | 1.1             |
| Forme de faisceau             |               | Gaussien        |
| Diamètre du faisceau à 1/e    | $\mu\text{m}$ | 1740            |
| Fréquence de modulation       | Hz            | <5kHz           |
| Tension maximale              | V             | 5               |

La puissance du laser doit être bien contrôlée pour:

- d'une part avoir un chauffage pas trop important, pour éviter d'endommager la surface de l'échantillon. Les matériaux les plus sensibles à la puissance du laser sont ceux qui ont une faible diffusivité thermique et qui par conséquent accumulent la chaleur à proximité de la zone chauffée par le laser.
- d'autre part avoir un chauffage pas trop faible pour avoir un rapport signal sur bruit suffisant au niveau du détecteur. A l'inverse, les matériaux à grande diffusivité thermique diffusent rapidement la chaleur, donc leur chauffage nécessite plus de puissance. Par expérience, avec le détecteur VIGO PVMI-3TE-10.6, nous devons observer sur

l'amplificateur SR530 une amplitude supérieure à  $5\mu V$  pour avoir une bonne mesure de déphasage.

La puissance du laser est réglée pour assurer la température voulue sur l'échantillon. Un thermocouple est donc placé en face arrière de l'échantillon pour mesurer la température (le thermocouple sera enlevé pendant la mesure de déphasage). Nous avons aussi la possibilité d'observer à l'œil l'état de surface pour détecter un changement de couleur si l'échantillon est trop chauffé.

### 3.1.2. Mesure du rayon du faisceau laser

Le montage expérimental de cette mesure est présenté en figure 3.4.

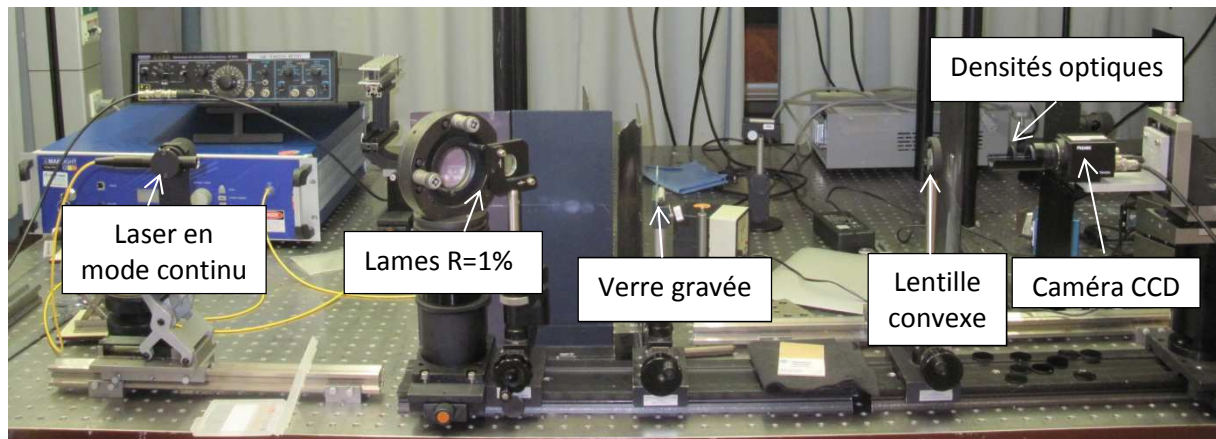


Figure 3.4. Montage expérimental de la mesure de la taille du faisceau laser

Pour cette mesure, le laser fonctionne en régime continu, pour une meilleure stabilité de l'amplitude de la puissance, et donc une simplification de l'observation du faisceau. Une caméra CCD et une carte d'acquisition sont utilisées pour observer le faisceau laser, le traitement sur un ordinateur est réalisé à l'aide du logiciel Spiricon. Pour éviter de la saturer, on place devant la caméra CCD des lames qui dévient 99% de la puissance du faisceau ainsi que des filtres de différentes densités optiques pour la réduire encore. La taille du capteur de la caméra,  $4,6 \times 6,3 \text{ mm}^2$  (568 x 756 pixels avec une taille de pixel de  $8,6 \times 8,3\mu m$ ), étant insuffisante pour mesurer le diamètre du faisceau laser, une lentille convexe a été utilisée pour le réduire afin de pouvoir observer le profil complet du faisceau laser. Une lame de verre gravée est placée dans le plan où le faisceau doit être mesuré (ce plan étant imagé sur la CCD) pour déterminer le facteur de grandissement. Cette lame n'est utilisée que pendant cette phase d'étalonnage.

### 3.1.2.1. Calibration

Le schéma de calibration est présenté dans la figure 3.5. La lame de verre gravée est positionnée dans le plan de l'échantillon et la lentille en fait une image nette sur la caméra CCD.

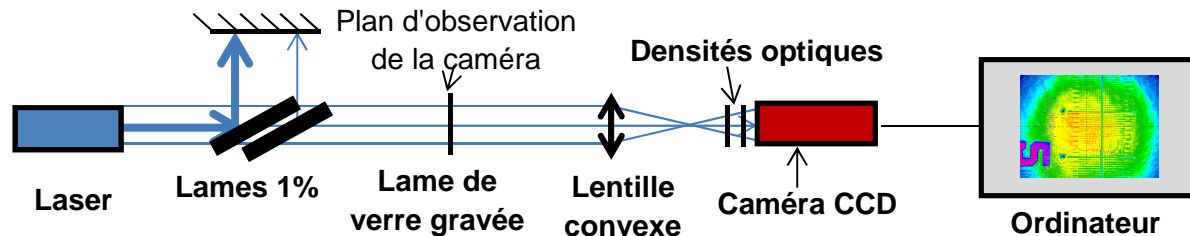


Figure 3.5. Schéma de la calibration du montage. L'image du faisceau sur le schéma est obtenue avec un grandissement de  $\frac{1}{4}$  environ

Nous déterminons au microscope qu'une unité sur le verre gravé mesure  $49,9 \pm 0,1 \mu\text{m}$ . (figure 3.6)



Figure 3.6. Mesures des intervalles entre graduations sur la lame de verre gravée

Le profil d'éclairement sur la caméra est présenté sur la figure 3.7. Les minimums du profil de faisceau correspondent aux traits d'unités sur le verre gravé. Pour minimiser les incertitudes, on n'analysera que la zone centrale des profils.

Sur l'axe vertical, du 33<sup>ème</sup> au 138<sup>ème</sup> pixel (105 pixels), il y a 34 minimums, soit 33 intervalles. Un pixel vertical correspond donc à  $15,7 \mu\text{m}$  ( $=49,9 \times 33 / 105$ ) sur le plan d'observation.

Sur l'axe horizontal du 27<sup>ème</sup> au 139<sup>ème</sup> pixel (112 pixels), il y a 36 minimums, soit 35 intervalles. Un pixel vertical correspond donc à  $15,6 \mu\text{m}$  ( $=49,9 \times 35 / 112$ ) sur le plan d'observation.

Finalement, un pixel de la caméra correspond dans le plan d'observation à un rectangle de  $15,6 \mu\text{m} \times 15,7 \mu\text{m}$ .



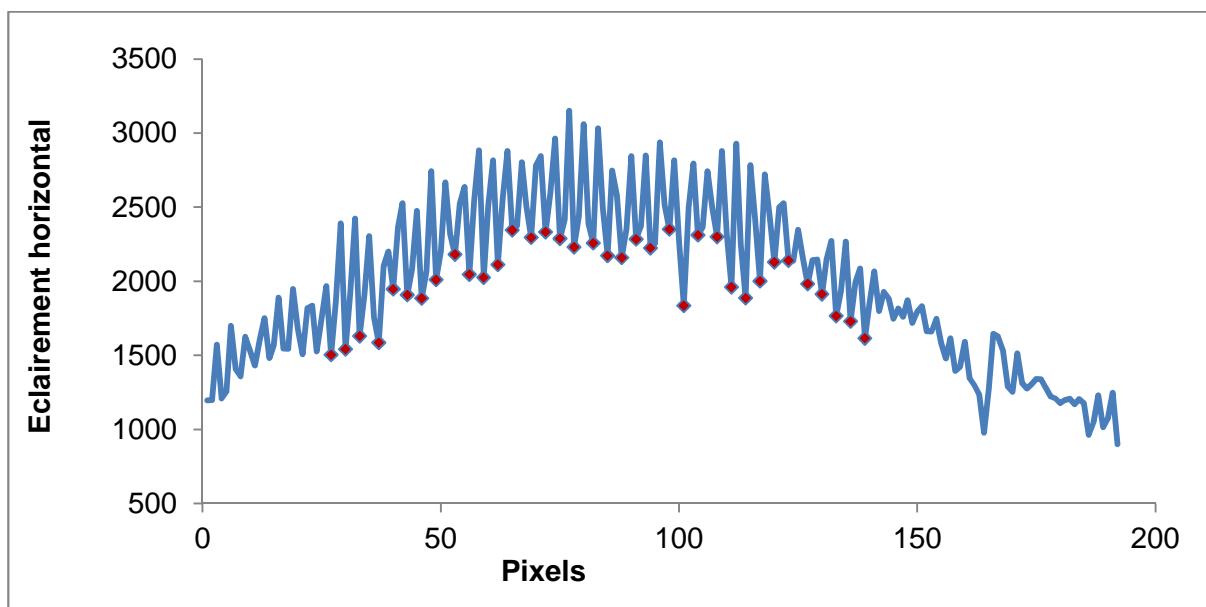
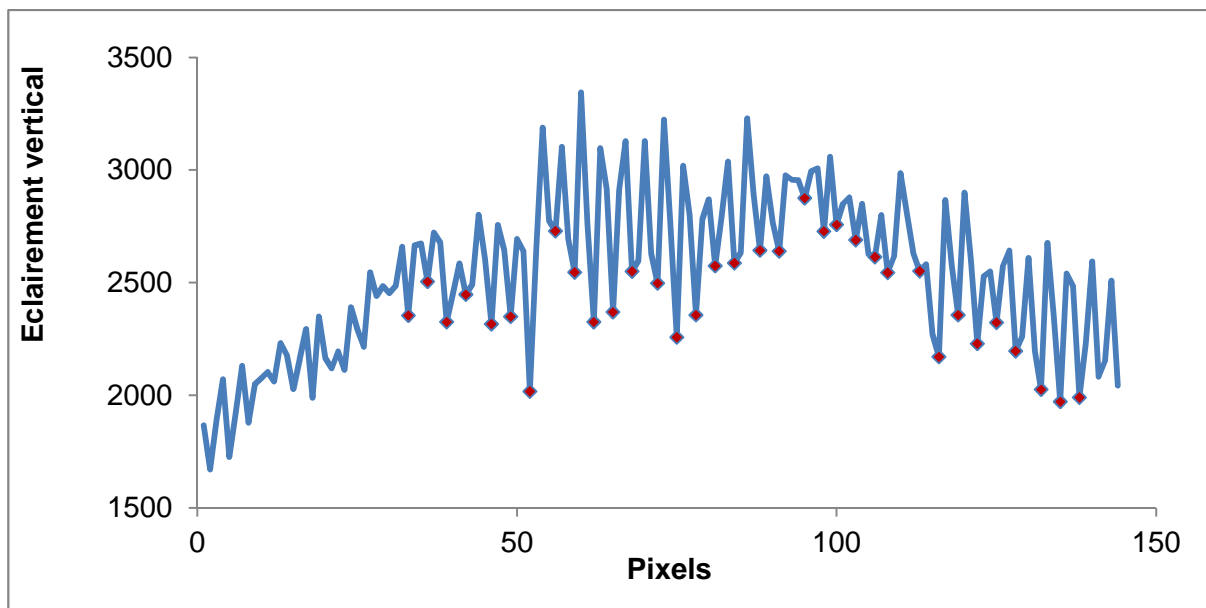
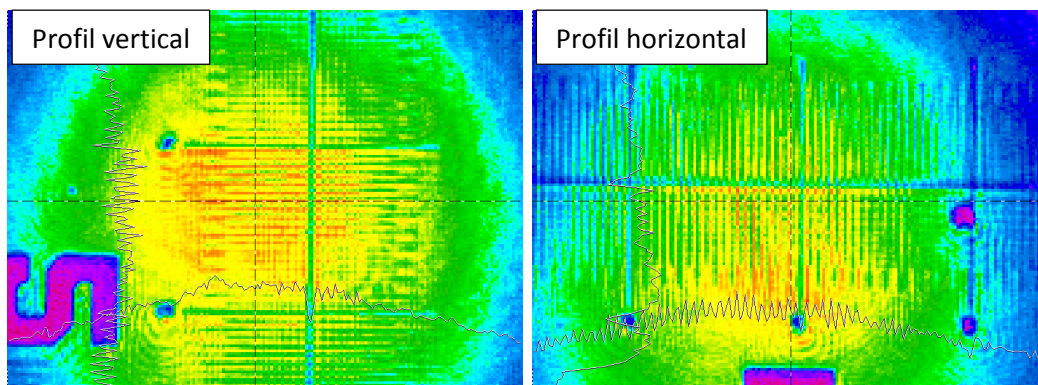


Figure 3.7. Images et profils du faisceau laser dans le plan d'observation avec lame graduée



### 3.1.2.2. Mesure du rayon du faisceau laser

On retire maintenant le verre gravé pour analyser l'image du faisceau sur la caméra CCD (cf. figure 3.8).

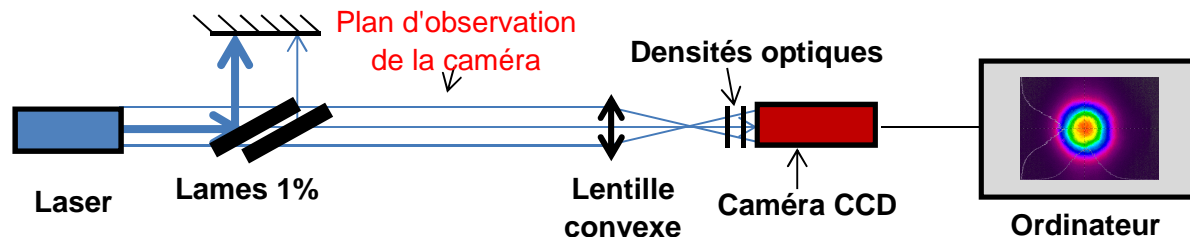


Figure 3.8. Schéma de mesure du rayon de faisceau laser

Avec le profil de faisceau obtenu sur l'ordinateur, nous récupérons les données en intensité d'éclairage en chaque pixel avec le logiciel Spiricon. Pour déterminer le rayon du faisceau laser, nous devons faire une régression analytique d'un profil gaussien. Dans ce cas, on a fait une régression 2D pour avoir une meilleure précision. On cherche la fonction la plus adaptée aux résultats expérimentaux sous la forme suivante:

$$I = A \exp\left(-\frac{(x-x_0)^2 + (y-y_0)^2}{r_0^2}\right) + B$$

Avec:  $I$  est l'intensité du laser,  $A$  est l'intensité maximale,  $B$  est le bruit correspondant au niveau d'éclairement à l'infini du faisceau,  $x$  et  $y$  sont les deux directions horizontale et verticale,  $x_0$  et  $y_0$  sont les coordonnées du centre du profil,  $r_0$  est le rayon du faisceau laser à  $1/e$  en intensité.

Le résultat de l'ajustement des valeurs théoriques sur les valeurs expérimentales est présenté sur la figure 3.9 et le tableau 3.2. Le profil du faisceau laser se présente bien sous forme gaussienne dans les deux directions. On a observé une petite variation de la taille du faisceau laser suivant la puissance du laser.

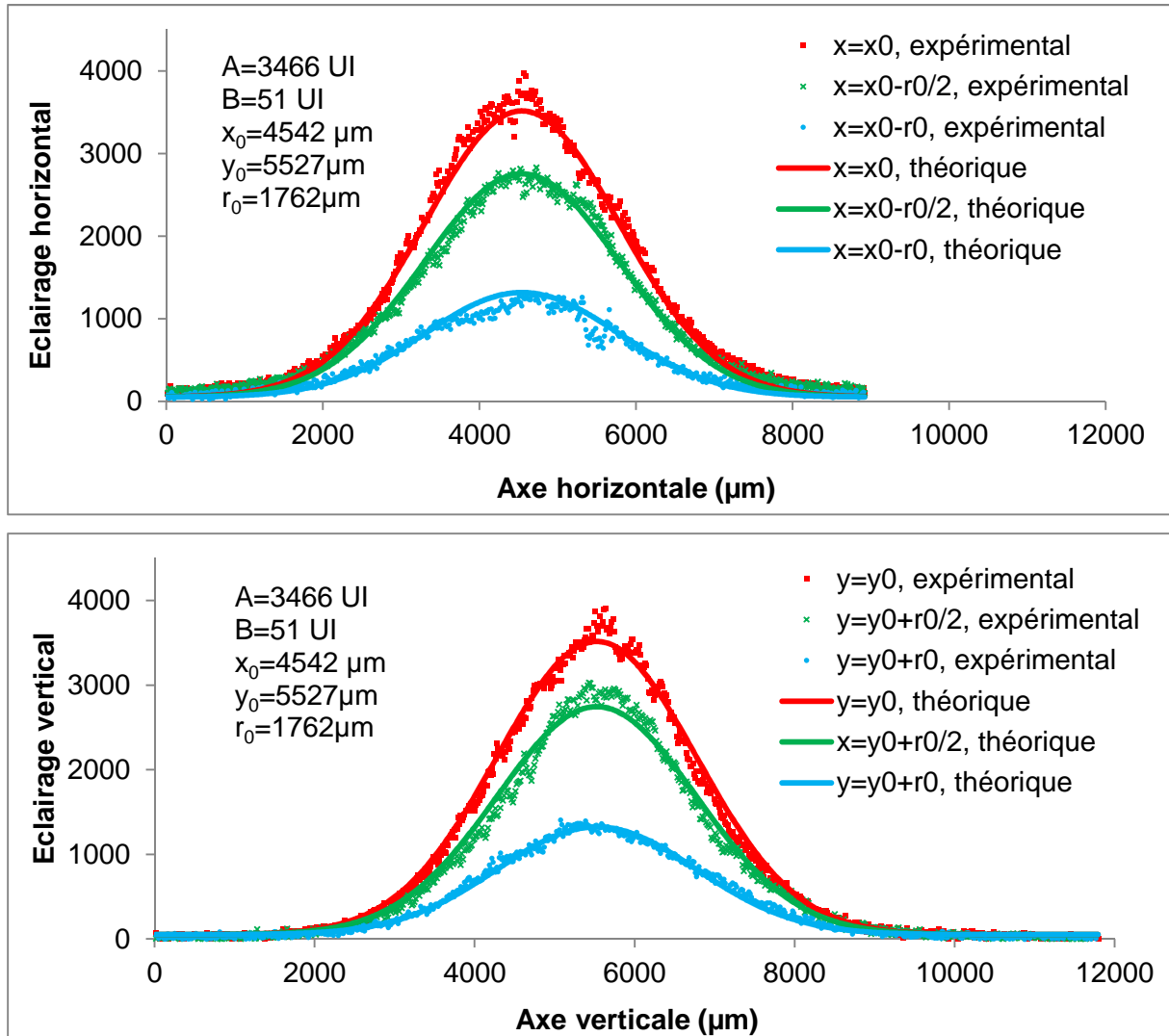
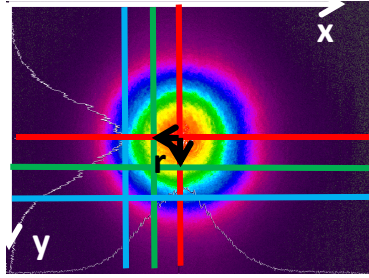


Figure 3.9. Profils expérimentaux et ajustement théorique sur les résultats expérimentaux du faisceau laser gaussien

Tableau 3.2. Rayon du faisceau laser en fonction de la puissance du laser

| Puissance en continu (W) | Rayon( $\mu\text{m}$ ) | Nombre de mesures |
|--------------------------|------------------------|-------------------|
| 4.6                      | 1762 $\pm$ 5           | 4                 |
| 6.5                      | 1759 $\pm$ 5           | 4                 |
| 8.8                      | 1738 $\pm$ 5           | 4                 |
| 13.8                     | 1720 $\pm$ 5           | 4                 |
| 27.7                     | 1718 $\pm$ 5           | 4                 |

Pour la technique de radiométrie photothermique modulée, la puissance du laser varie sinusoïdalement. Nous prenons comme valeur centrale la valeur moyenne obtenue dans le tableau 3.2. L'incertitude tenant compte de ces variations est de 2%. Cette incertitude est faible et n'influence pas beaucoup la mesure de l'épaisseur et de la diffusivité thermique comme cela sera montré par la suite dans le chapitre 4.

Finalement le rayon du faisceau laser est déterminé:  $r_0 = 1740 \pm 30 \mu\text{m}$  en 1/e intensité.

## 3.2. Détecteur infrarouge et photodiode

### 3.2.1. Détecteur infrarouge

Notre objectif est de détecter une faible variation du signal thermique, de l'ordre de quelques dizaines de Kelvin à basse fréquence et de moins de 1K à haute fréquence. Pour détecter les flux à haute fréquence, nous avons besoin d'un détecteur qui a un temps réponse rapide et pour détecter les faibles flux, nous avons besoin d'un détecteur qui a une faible puissance équivalente au bruit (NEP-Noise Equivalent Power).

La NEP est définie comme étant le flux donnant un signal juste égal à la valeur efficace de bruit. Elle dépend de la longueur d'onde car la sensibilité en dépend.

$$NEP(\lambda) = \frac{\sqrt{S_b} \sqrt{\Delta f}}{R(\lambda)}$$

$S_b$  est la densité spectrale ( $\text{A}^2/\text{Hz}$ )

$\Delta f$  est la bande passante (Hz)

$R(\lambda)$  est la sensibilité du détecteur (A/W)

Pour caractériser les détecteurs, les constructeurs ont introduit la détectivité qui est une grandeur normalisée, plus générale. La détectivité est inversement proportionnelle à la NEP, un bon détecteur doit donc avoir une grande détectivité spécifique dans la gamme de longueurs d'onde qu'on veut analyser.

$$D^*(\lambda) = \frac{\sqrt{A} \sqrt{\Delta f}}{NEP(\lambda)} \Rightarrow NEP(\lambda) = \frac{\sqrt{A} \sqrt{\Delta f}}{D^*(\lambda)}$$

Avec A (m²) la surface sensible du détecteur.

La détectivité spécifique de différents types de détecteurs infrarouges est présentée sur la figure 3.10.

Le détecteur HgCdZnTe correspond le mieux à notre besoin car il est efficace sur une large bande spectrale de 2µm à 10µm, ce qui le rend sensible à faible température (<200°C). La détectivité spécifique des détecteurs HgCdZnTe est moindre que celle d'autres types de détecteur pour les longueurs d'onde inférieures à 6µm, mais la température de l'échantillon est souvent de 50°C à 200°C, températures qui donnent des longueurs d'onde du maximum d'émission supérieures à 6µm.

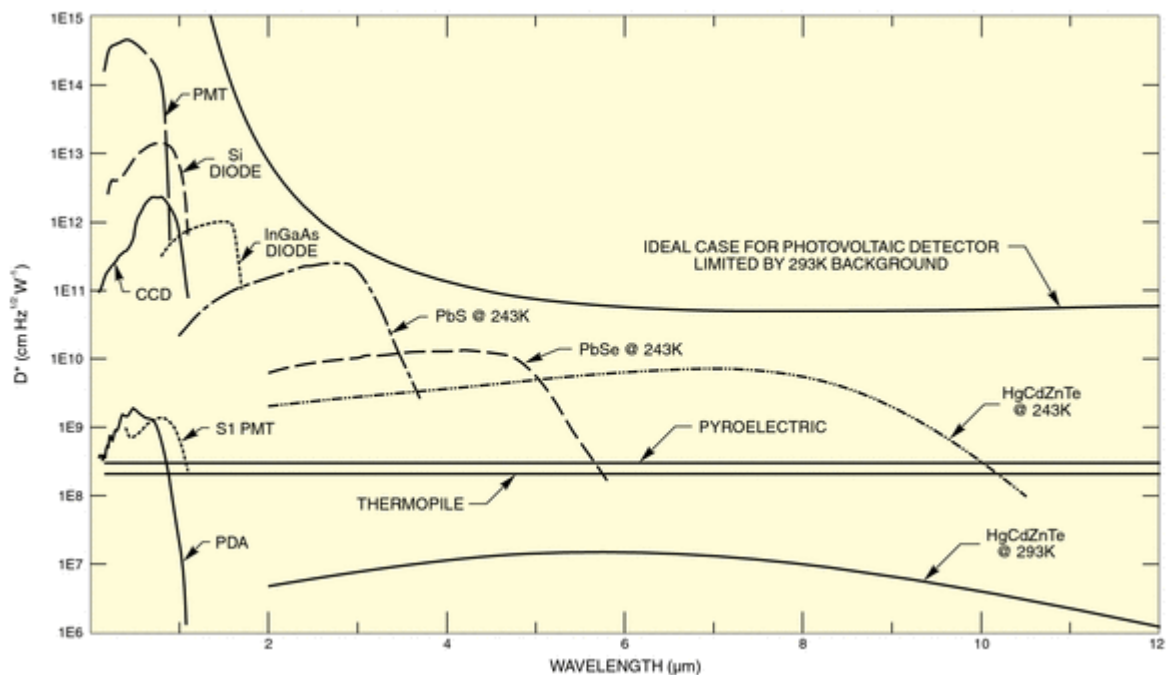


Figure 3.10. Détectivité spécifique de différents types de détecteur infrarouge<sup>82</sup>

### ➤ Détecteur Vigo PVMI-3TE-10.6

Le détecteur PVMI-3TE-10.6 (IR photovoltaic multiple junction detectors thermoelectrically cooled optically immersed) a été choisi pour sa large bande spectrale qui le rend utilisable pour la détection d'une large gamme de températures de l'ambiante à 1200°C. De plus, il n'a pas de bruit de scintillement et son temps de réponse rapide permet de l'utiliser à haute fréquence. Avec une bonne détectivité spécifique et une petite surface active, la forte sensibilité de ce détecteur le rend adapté à la détection des faibles flux thermiques. La détectivité spécifique du détecteur 3TE-8 est plus grande mais sa bande

spectrale est limitée à  $8\mu\text{m}$ , donc il est difficile de détecter les faibles températures. Les caractéristiques du détecteur PVMI-3TE-10.6 sont présentées sur le tableau 3.3 et la figure 3.11.

Tableau 3.3. Caractéristiques du détecteur Vigo PVMI-3TE-10.6

|   |   |   |
|---|---|---|
| Bande spectrale                                   | 1,5-11 $\mu\text{m}$                        |  |
| Temps de réponse                                  | 7ns   |   |
| Taille de la zone active                          | 1x1mm <sup>2</sup> , hyper-hémisphère       |   |
| Rayon de la zone active                           | 0,8mm                                       |   |
| Angle de vue                                      | 36°   |   |
| Fréquence coupure minimale                        | 0Hz   |   |
| Fréquence coupure maximale                        | 50MHz                                       |   |
| Excursion de tension de sortie (R = 50 $\Omega$ ) | $\pm 1\text{V}$                             |   |
| Densité de bruit de sortie                        | 1110nV/ $\sqrt{\text{Hz}}$                  |   |
| Déectivité $\pm 20\%$ à 10.6 $\mu\text{m}$        | 1,3.10 <sup>9</sup> cm $\sqrt{\text{Hz/W}}$ |   |
| Résistance du détecteur                           | 380 $\Omega$                                |   |
| Stabilité de la température                       | 0.01K                                       |   |
| $\Delta T_{\text{max}}$                           | 114K  |   |
| $I_{\text{opt}}$                                  | 0.45A                                       |   |
| $V_{\text{max}}$                                  | 3.6V  |   |
| $Q_{\text{max}}$                                  | 0.27W                                       |   |
| Dimension (sans thermoélectrique refroidisseur)   | L 12,4mm x $\Phi 15,2\text{mm}$             |   |

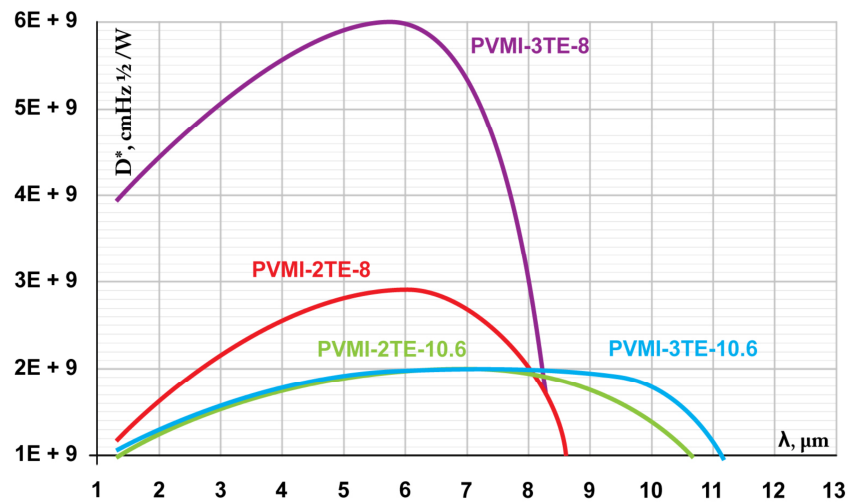


Figure 3.11. Détektivité spécifique des détecteurs Vigo PVMI-nTE<sup>83</sup>

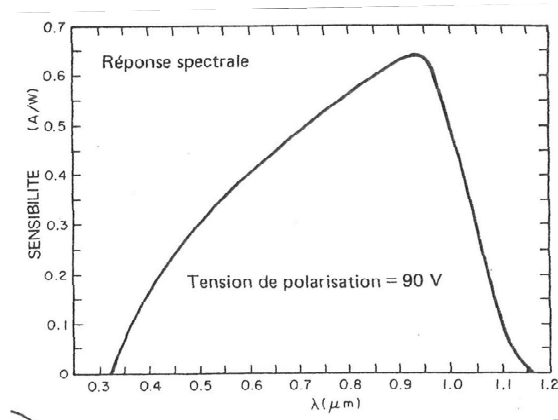
### 3.2.2. Photodiode

La photodiode est utilisée pour mesurer la phase entre le signal du générateur électrique et le signal sorti du laser. Sa bande spectrale, de 300nm à 1100nm, est adaptée à la détection de la longueur d'onde émise par le laser qui est de 1080nm. Le temps de

réponse est inférieure à 1ns ce qui permet de mesurer un signal à hautes fréquences. Les caractéristiques de la photodiode sont données dans le tableau 3.4 et la figure 3.12.

*Tableau 3.4. Caractéristiques de la photodiode FND-100*

| <b>Photodiode FND-100</b> |                             |
|---------------------------|-----------------------------|
| Taille de la zone active  | 5.1mm <sup>2</sup>          |
| Rayon de la zone active   | 1,27mm                      |
| Bande spectrale           | 300-1100nm                  |
| Temps de réponse (50Ω)    | 1ns                         |
| Résistance                | 35Ω                         |
| NEP                       | 2,9.10 <sup>-13</sup> W/√Hz |
| Sensibilité maximale      | 0.62 A/W à 900nm            |



*Figure 3.12. Sensibilité de la photodiode FND-100*

### **3.3. Système optique de collection du rayonnement infrarouge**

Le détecteur infrarouge VIGO n'est pas équipé de système optique de focalisation ni de filtrage spectral. Une lentille convexe en ZnSe a donc été utilisée pour focaliser le flux thermique sur la zone sensible du détecteur et un filtre Germanium pour couper toutes les longueurs d'onde jusqu'à 2 μm, filtrant ainsi la longueur d'onde du laser, 1080nm (cf. figure 3.13).

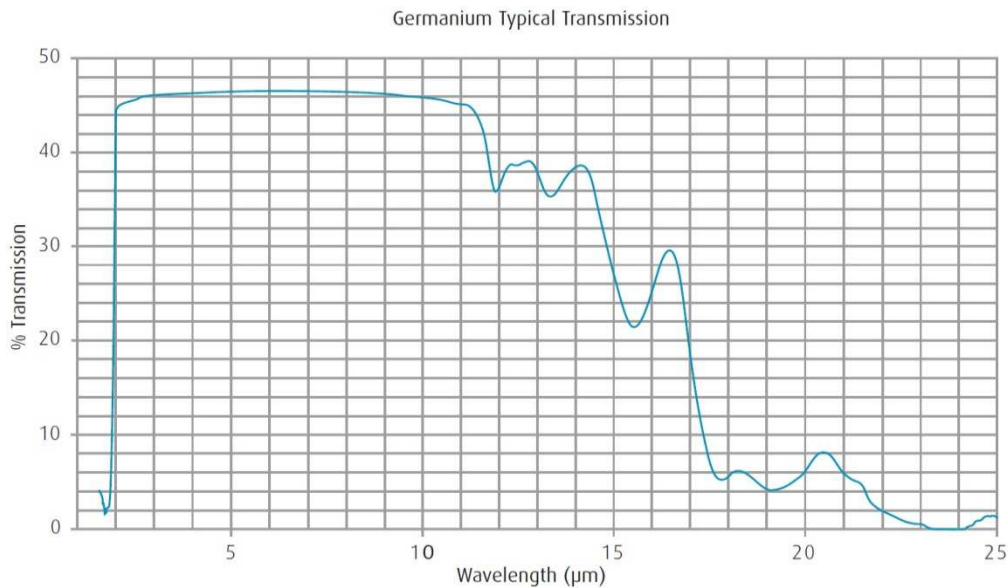


Figure 3.13. Spectre de transmission de la lame de Germanium<sup>84</sup>

La lentille convexe ZnSe, de distance focale 50mm et de diamètre 25mm, image sur le détecteur PMVI le centre de la surface du matériau chauffée par le laser. Elle a une transmission de 70% entre 600nm et 20μm.

La surface sensible du capteur a pour rayon 800 μm. Pour n'imager que la partie centrale du faisceau, limitée à la moitié de la largeur à 1/e en intensité, soit  $r_0/2=870\mu\text{m}$ , il faut que le grandissement  $r_{\text{capteur}}/r_{\text{collecté}}$  soit supérieur ou égal à 1. Il faut trouver un compromis entre un fort grandissement qui tend vers une mesure ponctuelle, et un grandissement proche de 1, qui augmente le signal thermique. La lentille ZnSe doit se placer à une distance inférieure 2f de l'échantillon.

Dans la suite, nous utilisons un grandissement égal à 1 pour tous les échantillons pour avoir un signal thermique maximal. Le schéma du système optique de collection en configuration grandissement égal à 1 est présenté en figure 3.14.

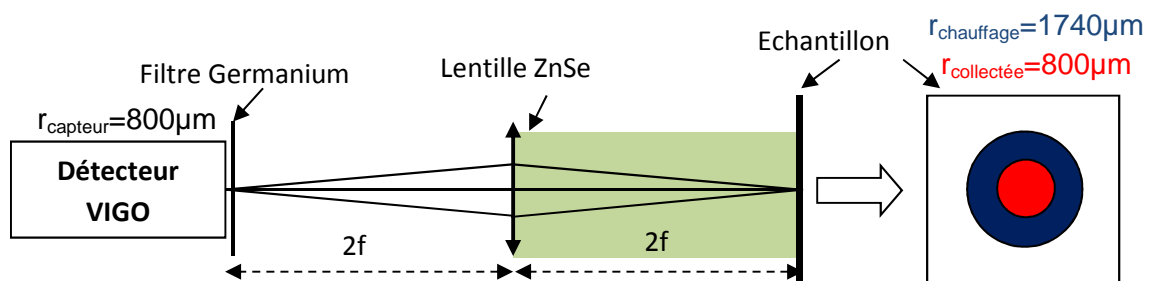


Figure 3.14. Schéma du système optique de collection

### 3.4. Amplificateur à détection synchrone

L'amplitude du signal thermique étant trop faible pour être traitée directement, nous avons utilisé un amplificateur à détection synchrone. Le schéma de principe de l'amplificateur à détection synchrone SR530 est présenté sur la figure 3.15.

Le principe de fonctionnement du SR530 est présenté en paragraphe 1.2.3 avec un signal d'entrée et un signal de référence. Le signal de référence doit être stable en fréquence et doit avoir une amplitude minimale de 100mV. Les impédances d'entrée pour le signal d'entrée et le signal de référence sont respectivement de  $1\text{M}\Omega$  et  $100\text{M}\Omega$ . Les fréquences mesurables vont de 0,5Hz à 100kHz.

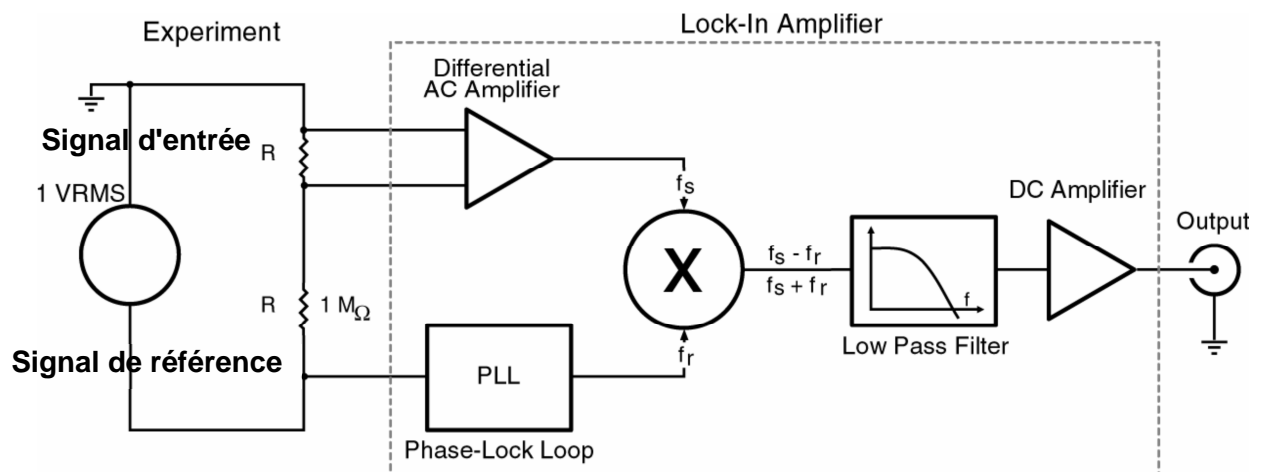
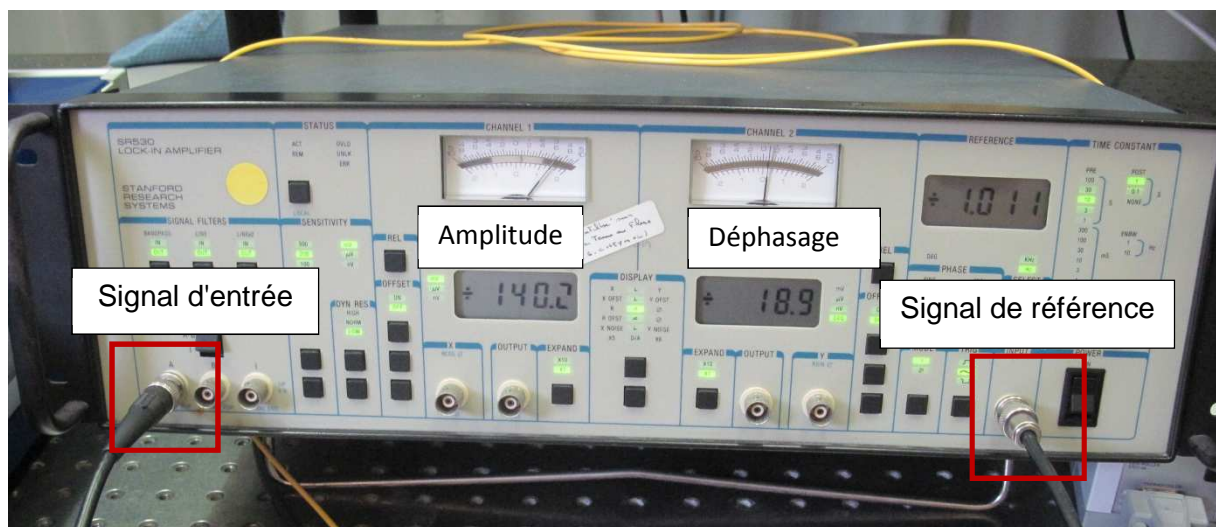


Figure 3.15. Schéma de principe de l'amplificateur à détection synchrone SR530

La fréquence du signal de référence est détectée automatiquement en passant le "Phase-Lock Loop" (PLL)<sup>85</sup>. Le PLL a deux sorties,  $\cos(w_r t)$  et  $\sin(w_r t)$ . De l'autre côté, le



signal d'entrée  $V_s \cos(\omega_s t + \Phi)$  est amplifié par un amplificateur différentiel. La sortie de cet amplificateur différentiel est multipliée par les sorties du PLL en deux "Phase sensitive detectors" (PSD1 et PSD2):

$$V_{psd1} = V_s \cos(\omega_r t) \cos(\omega_s t + \Phi) = 1/2 V_s \cos((\omega_r + \omega_s)t + \Phi) + 1/2 V_s \cos((\omega_r - \omega_s)t + \Phi)$$

$$V_{psd2} = V_s \sin(\omega_r t) \cos(\omega_s t + \Phi) = 1/2 V_s \sin((\omega_r + \omega_s)t + \Phi) + 1/2 V_s \sin((\omega_r - \omega_s)t + \Phi)$$

La somme des composantes de fréquence de chaque PSD est atténuée par un filtre passe-bas, et seules les fréquences inférieures sont transmises à l'amplificateur de courant continu. Le filtre passe-bas peut avoir des constantes de temps jusqu'à 100 secondes, pouvant donc rejeter les bruits qui s'écartent de plus que 0,0025 Hz de la fréquence de référence.

L'amplitude et le déphasage à la sortie sont déterminés par:

$$R = \left( V_{psd1}^2 + V_{psd2}^2 \right)^{1/2} \approx V_s$$

$$\Phi = -\tan^{-1}(V_{psd2} / V_{psd1})$$

Dans notre expérience, le signal de la photodiode n'est pas suffisamment stable en fréquence; il faut donc utiliser le signal du générateur comme signal de référence. Le détail des mesures est présenté en paragraphe 3.6.

Quelques caractéristiques du SR530 sur la mesure du déphasage sont présentées dans le tableau 3.5.

*Tableau 3.5. Quelques caractéristiques de l'amplificateur à détection synchrone SR530*

| Dimension           | 43x43x13cm          |                                      |
|---------------------|---------------------|--------------------------------------|
| Signal d'entrée     | Impédance           | 100MΩ                                |
|                     | Bruit               | 7nV/√Hz à 1kHz                       |
|                     | Précision           | 1% (de 2Hz à 100kHz)                 |
|                     | Stabilité           | 200ppm/°C                            |
| Signal de référence | Fréquence           | 0,5Hz à 100kHz                       |
|                     | Impédance           | 1MΩ                                  |
|                     | Amplitude minimale  | 100mV                                |
|                     | Temps d'acquisition | 25s à 1Hz<br>6s à 10Hz<br>2s à 10kHz |
|                     | Bruit de phase      | 0,01° rms à 1kHz,<br>100msec, 12dBTC |
|                     | Dérive de phase     | 0,1°/°C                              |
|                     | Erreur de phase     | <1° pour f>10Hz                      |

Pour avoir un signal stable, le temps de moyennage sur l'amplificateur à détection synchrone SR530 doit être supérieur à 3s pour le signal de laser, et supérieur à 10s pour le signal thermique (le signal laser est beaucoup plus stable que le signal thermique).

### 3.5. Procédure, réglage et calibration du déphasage interne des dispositifs

La fréquence et la puissance du laser sont réglées par le générateur de fonction. Avant la mesure de déphasage, la température de l'échantillon est contrôlée par un thermocouple en face arrière. Pendant la mesure, seule la fréquence varie, la puissance du laser restant fixe. A chaque fréquence, nous souhaitons mesurer le déphasage entre le signal thermique et le laser  $\Delta\varphi_{thermique-laser}$ . Le signal du laser (détecté par la photodiode) n'est pas assez stable pour servir de référence à la détection synchrone.

Ces mesures font intervenir divers éléments de la chaîne : le laser Manlight ML50-CWR-TKS, la photodiode FND-100, le détecteur infrarouge VIGO PVMI-3TE-10.6 et l'amplificateur à détection synchrone SR530, qu'il est nécessaire de calibrer.

Dans notre procédé, les précisions de la mesure du déphasage sont importantes pour déterminer le minimum de déphasage et la fréquence au minimum de déphasage avec une grande précision.

Le déphasage  $\Delta\varphi_1$  entre le signal du générateur de fonction et le signal sorti du laser détecté par la photodiode vaut  $\Delta\varphi_1 = \Delta\varphi_{laser} + \Delta\varphi_{photodiode} + \Delta\varphi_{amplificateur}$ , où  $\Delta\varphi_{laser}$ ,  $\Delta\varphi_{photodiode}$  et  $\Delta\varphi_{amplificateur}$  sont, respectivement, la phase interne du laser, de la photodiode et de l'amplificateur à détection synchrone. D'autre part, le déphasage  $\Delta\varphi_2$  entre le signal thermique détecté par le détecteur IR et le signal du générateur de fonction vaut  $\Delta\varphi_2 = \Delta\varphi_{laser} + \Delta\varphi_{thermique-laser} + \Delta\varphi_{détecteur\_IR} + \Delta\varphi_{amplificateur}$ , où  $\Delta\varphi_{détecteur\_IR}$  est la phase interne du détecteur IR.  $\Delta\varphi_1$  et  $\Delta\varphi_2$  sont les déphasages affichés sur l'écran de l'amplificateur à détection synchrone. La valeur de  $\Delta\varphi_1$  est stable et ne nécessite pas des mesures régulières. Par contre, la valeur de  $\Delta\varphi_2$  dépend évidemment de chaque échantillon. Le déphasage entre le signal thermique et le laser vaut donc :

$$\Delta\varphi_{thermique-laser} = \Delta\varphi_2 - \Delta\varphi_1 - \Delta\varphi_{détecteur\_IR} + \Delta\varphi_{photodiode}$$

Le déphasage  $\Delta\varphi_{photodiode} - \Delta\varphi_{détecteur\_IR}$  a été mesuré à l'aide d'un hacheur optique avec le laser en régime continu.

La fréquence du générateur électrique a été mesurée par l'amplificateur à détection synchrone avec précision  $\approx 99,5\%$ . La précision des mesures de déphasage est analysée en chapitre 4.

Les différentes étapes de calibrations et réglages sont précisées ci-dessous.

### 3.5.1. Calibration du déphasage interne du détecteur infrarouge et de la photodiode

Pour cette vérification des déphasages internes du détecteur infrarouge et la photodiode, le laser n'est pas modulé et traverse le hacheur optique (SR540 de Stanford Research Systems). La modulation est provoquée par le hacheur optique de 4Hz à 4kHz. Le détecteur infrarouge est réglé pour recevoir la réflexion du laser (pas de filtre Germanium). Le schéma expérimental est présenté sur la figure 3.16.

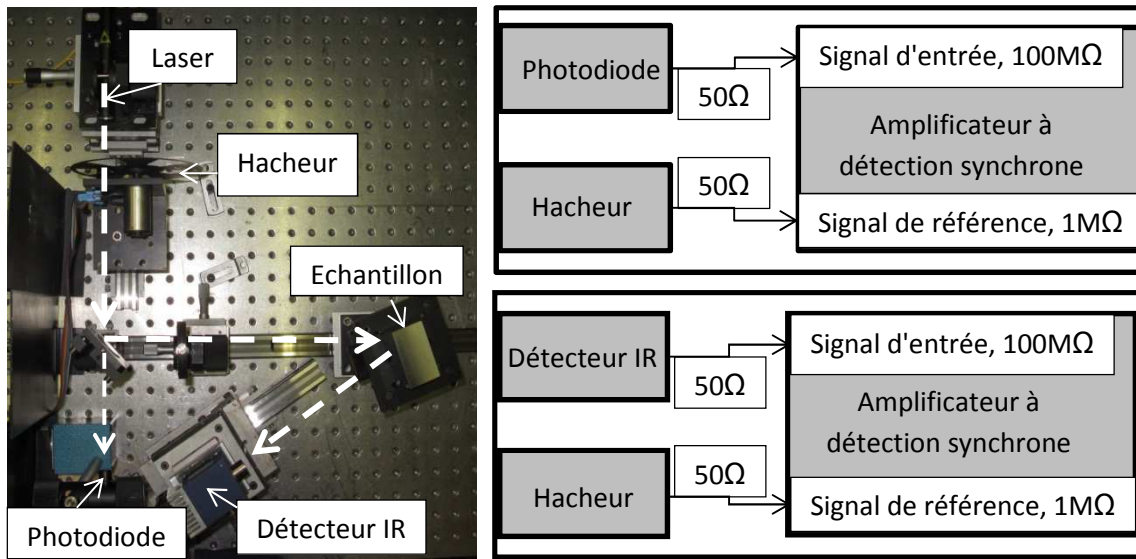


Figure 3.16. Schéma expérimental de vérification des déphasages internes du détecteur IR et de la photodiode. Ici le détecteur IR est sensible au rayonnement laser seulement (pas de chauffage notable)

Nous avons mesuré le déphasage  $\Delta\varphi_3$  entre le hacheur optique et la photodiode  $\Delta\varphi_3 = \Delta\varphi_{hacheur}^3 + \Delta\varphi_{photodiode} + \Delta\varphi_{amplificateur}$  et le déphasage  $\Delta\varphi_4$  entre le hacheur et le détecteur IR (sans filtre de germanium)  $\Delta\varphi_4 = \Delta\varphi_{hacheur}^4 + \Delta\varphi_{détecteur\_IR} + \Delta\varphi_{amplificateur}$ , où  $\Delta\varphi_3$  et  $\Delta\varphi_4$  sont les déphasages affichés sur l'écran de l'amplificateur à détection synchrone;  $\Delta\varphi_{hacheur}^3$ ,  $\Delta\varphi_{hacheur}^4$  dépendent des positions relatives exactes de la photodiode et de la zone de l'échantillon imagé sur le détecteur Vigo par rapport au faisceau laser, mais ne varient pas avec la fréquence.

On s'intéresse à la valeur variable avec la fréquence de  $\Delta\varphi_3 - \Delta\varphi_4 = \Delta\varphi_{hacheur}^3 - \Delta\varphi_{hacheur}^4 + \Delta\varphi_{photodiode} - \Delta\varphi_{détecteur\_IR}$ , valeur qui serait associée par exemple à un temps de réponse non négligeable. Il n'est pas envisageable d'avoir une composante, constante avec la fréquence, non nulle.

Pour une position relative donnée, on obtient le graphe en figure 3.17. L'écart est presque constant ( $\approx 8,6^\circ$ ) pour toutes les fréquences. On en déduit que cet écart est dû à  $\Delta\varphi^3_{hacheur} - \Delta\varphi^4_{hacheur}$  et que  $\Delta\varphi_{d\acute{e}tecteur\_IR} - \Delta\varphi_{photodiode} \approx 0^\circ$ . De plus, cette conclusion sera confirmée en paragraphe 3.7 avec la vérification des mesures du déphasage.

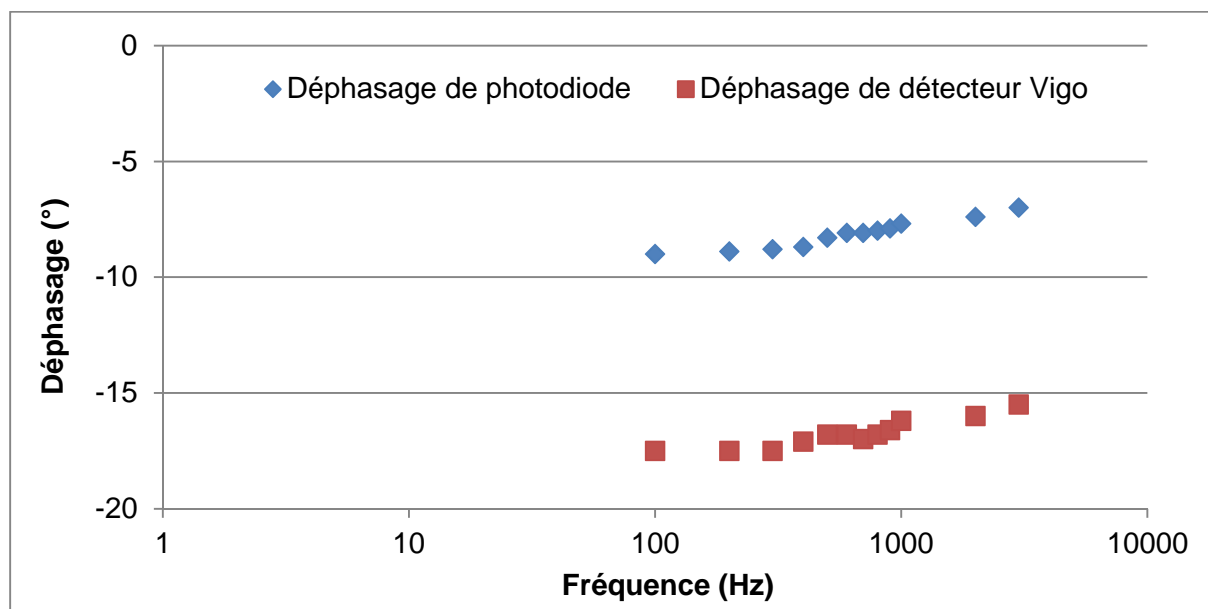


Figure 3.17. Déphasages internes du détecteur Vigo et de la photodiode FND-100

La courbe bleue est la valeur de  $\Delta\varphi_3 = \Delta\varphi^3_{hacheur} + \Delta\varphi_{photodiode} + \Delta\varphi_{amplificateur}$  et la courbe rouge est la valeur de  $\Delta\varphi_4 = \Delta\varphi^4_{hacheur} + \Delta\varphi_{d\acute{e}tecteur\_IR} + \Delta\varphi_{amplificateur}$ .

### 3.5.2. Déphasage entre le signal laser et le signal électrique

Le déphasage  $\Delta\varphi_I$  ne dépend pas de la position de la photodiode par rapport au centre de faisceau. Seule l'amplitude du signal diminue quand la photodiode s'éloigne du centre du faisceau. L'incertitude de la mesure de déphasage est très petite:  $\pm 0,1^\circ$ .

Le schéma de la mesure est présenté sur la figure 3.18. Le signal électrique est sinusoïdal de type  $U(t) = U_0 - U_0 \cos(2\pi ft)$  où  $U_0$  est l'amplitude et  $f$  la fréquence. La photodiode est placée après un miroir qui transmet seulement  $\sim 1\%$  de la puissance du laser.

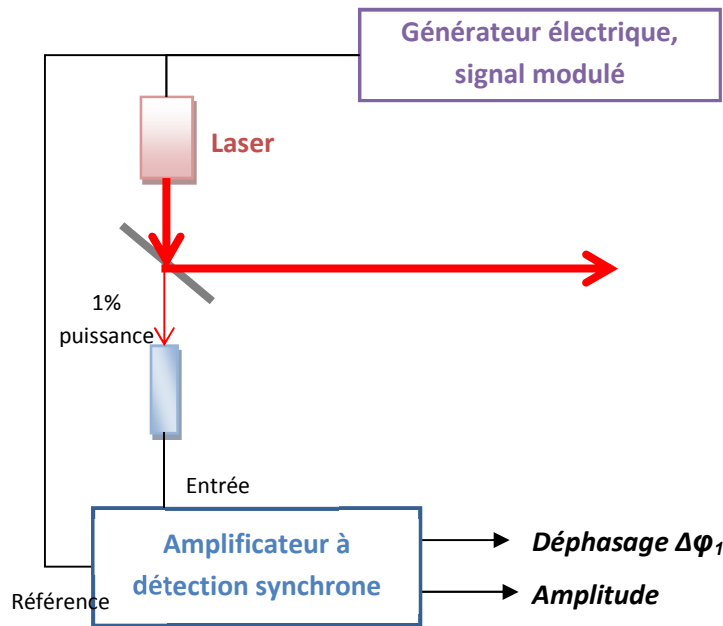


Figure 3.18. Schéma de mesure du déphasage entre le signal sorti du laser et le signal électrique de référence

Le déphasage entre le signal du laser et le signal électrique  $\Delta\varphi_I = \Delta\varphi_{laser} + \Delta\varphi_{photodiode} + \Delta\varphi_{amplificateur}$  est présenté dans la figure 3.19. Cette courbe de déphasage est mesurée une fois et utilisée pour tous les matériaux.

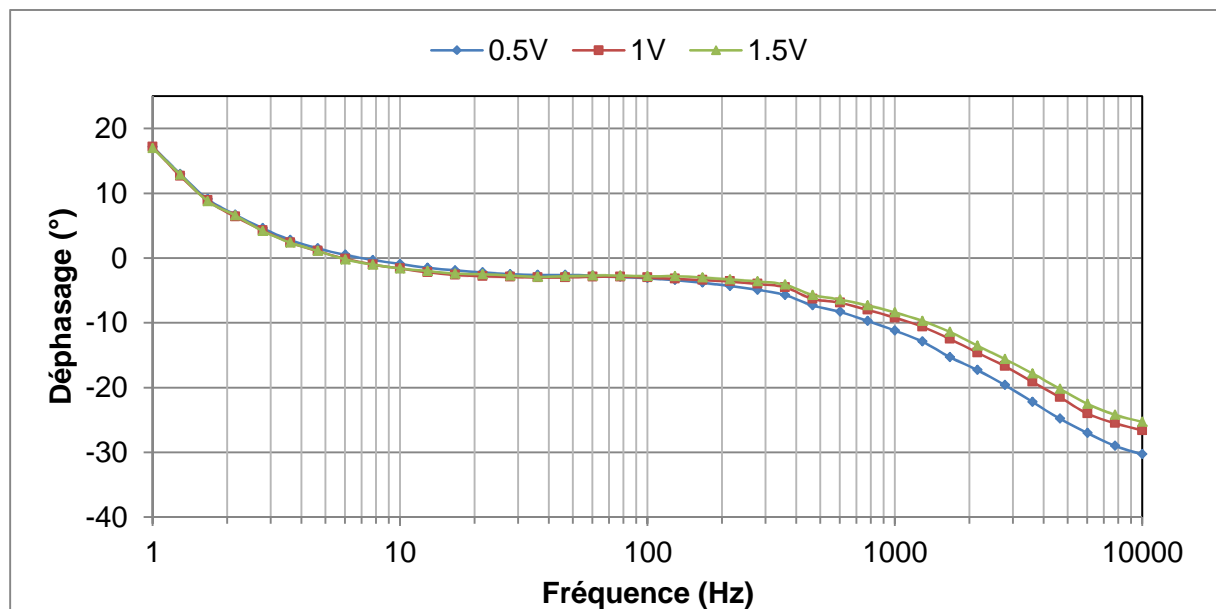


Figure 3.19. Déphasage entre le signal sorti du laser et le signal du générateur électrique pour différentes valeurs de l'amplitude du signal électrique

On peut voir que ce déphasage varie faiblement avec la puissance du laser. Le déphasage à basse fréquence est dû à l'amplificateur à détection synchrone. A haute fréquence ( $f > 500$  Hz), on peut voir une forte chute de ce déphasage. Comme le déphasage de défaut de la photodiode est constant, cette chute est due au fonctionnement du laser. Il y a un retard de déphasage entre l'entrée et la sortie du laser, de plus l'oscillateur interne de ce laser fonctionne correctement pour les fréquences inférieures à 5kHz, donc les déphasages donnés au-delà cette fréquence sont moins précis. Les fréquences optimales sont de 1Hz à 1kHz.

Sur la figure 3.20, on observe aussi une décroissance de la puissance du laser à haute fréquence ce qui confirme qu'il y a une dégradation de fonctionnement du laser à haute fréquence. Cela peut aussi influencer sur la mesure de déphasage.

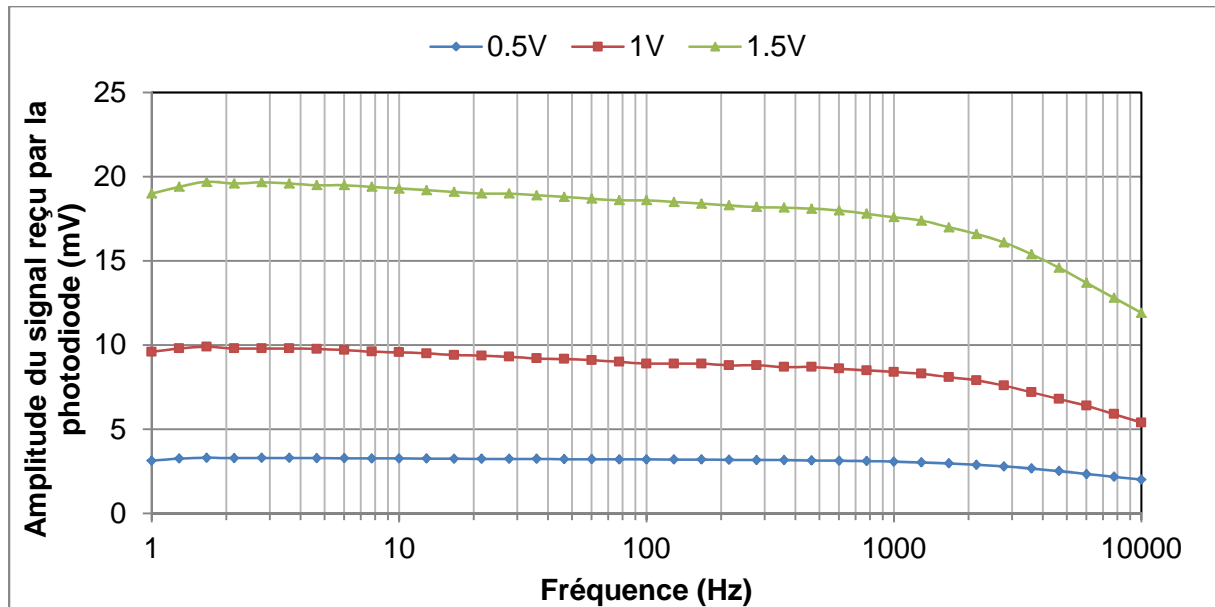


Figure 3.20. Amplitude du signal sorti de la photodiode pour différentes valeurs de l'amplitude du signal électrique du générateur de fonction

### 3.5.3. Réglage et mesure du déphasage entre le signal thermique et le signal électrique

#### 3.5.3.1. Réglage

Le déphasage  $\Delta\varphi_2$  dépend de la position relative entre la zone chauffée par le faisceau laser et la zone visualisée par le détecteur infrarouge, donc il faut régler leurs positions pour une mesure au centre de la zone de chauffage. Pour cela, nous utilisons un

système de réglage micrométrique. Les résultats du réglage sont présentés sur la figure 3.21.

L'incertitude de la mesure de déphasage à 2,5Hz est  $\pm 0,2^\circ$  et celle à 10Hz est de  $\pm 0,2^\circ$  à  $\pm 0,5^\circ$ . Pour une distance  $r$  inférieure à  $\sim 500\mu\text{m}$ , le déphasage et l'amplitude ne varient pas suivant la distance  $r$ . A partir de  $500\mu\text{m}$ , le déphasage et l'amplitude diminuent quand le détecteur s'éloigne d'une visée au centre du faisceau.

Le réglage de la photodiode est plus facile que celui du détecteur Vigo car le déphasage mesuré par la photodiode est beaucoup moins sensible à la position mesurée que le déphasage mesuré par le détecteur Vigo. Le détecteur Vigo doit avoir une position  $r$  de moins de  $500\mu\text{m}$  par rapport au centre de faisceau.

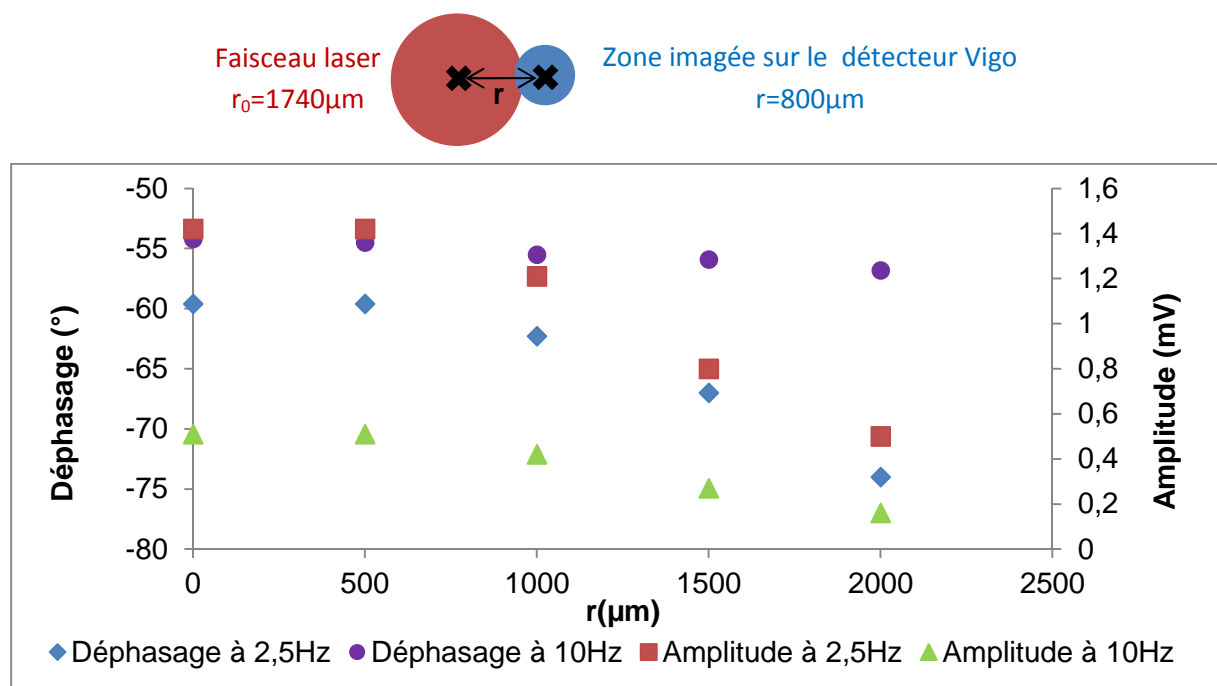


Figure 3.21. Influence sur le déphasage et l'amplitude de différentes positions du détecteur IR par rapport au centre de faisceau. Mesures effectuées avec le détecteur Vigo sur une plaque Inox 304L  $400\mu\text{m}$  avec un grandissement égal à 1

### 3.5.3.2. Procédure de mesure

Le schéma de la mesure de déphasage entre le signal sorti du laser et le signal électrique de référence est présenté sur la figure 3.22.

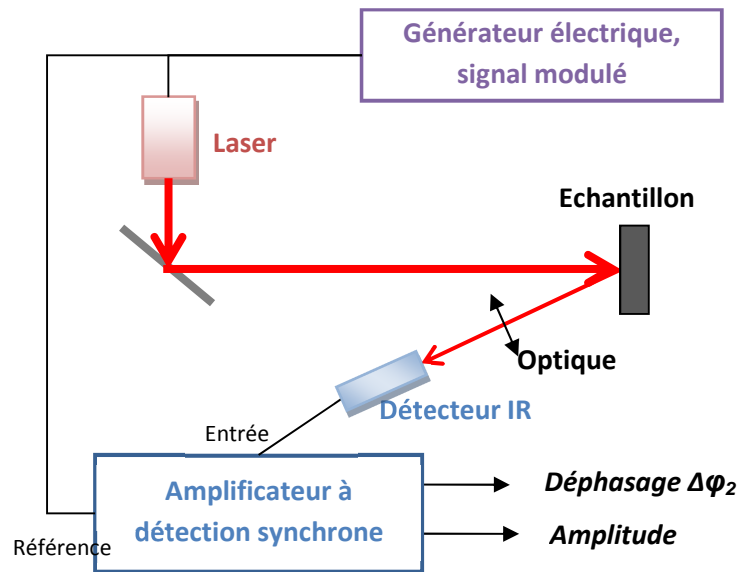


Figure 3.22. Schéma de mesure du déphasage entre le signal thermique et le signal électrique de référence

Le signal d'entrée de l'amplificateur à détection synchrone est le signal sorti du détecteur infrarouge, le signal de référence est toujours le signal sorti du générateur. Les résultats de  $\Delta\varphi_2$  sont mesurés et présentés au chapitre 4 sous forme du déphasage final  $\Delta\varphi_{thermique-laser} = \Delta\varphi_2 - \Delta\varphi_1 + \Delta\varphi_3 - \Delta\varphi_4$ .

### 3.6. Mesure de l'épaisseur et de la diffusivité thermique

Une fois que la courbe de déphasage  $\Delta\varphi_{thermique-laser}$  est mesurée, nous allons ensuite déterminer le déphasage minimal  $\varphi_{min}$  et la fréquence au déphasage minimal  $f_{min}$ , puis appliquer les formules (2-35) et (2-37) pour déterminer l'épaisseur et la diffusivité thermique. Pour limiter les erreurs, la fréquence  $f_{min}$  est déterminée selon la procédure suivante (cf. figure 3.23):

- Les fréquences des mesures sont appliquées régulièrement en échelle de log. Nous mesurons 30 fréquences de 1Hz à 1kHz.
- Déterminer le déphasage minimal  $\varphi_{min}$  par le point de mesure le plus bas
- Déterminer tous les déphasages dans l'intervalle  $[\varphi_{min}; \varphi_{min}+0,5^\circ]$  (car l'incertitude des mesures est  $\sim 0,5^\circ$ )
- Déterminer les fréquences minimale et maximale des déphasages dans cet intervalle:  
 $f_{pre\_min}; f_{pre\_max}$



- Compte tenu de l'échelle logarithmique, la fréquence au déphasage minimal est donnée par la moyenne géométrique des deux fréquences précédentes:

$$f_{min} = \sqrt{f_{pre\_min} \times f_{pre\_max}}$$

- Appliquer les formules  $L = \frac{r_0}{\zeta_\phi} \ln \frac{90}{|\phi_{min}|}$  et  $D_c = \frac{1}{\zeta_f} f_{min} L r_0$  pour déterminer l'épaisseur et la diffusivité thermique.

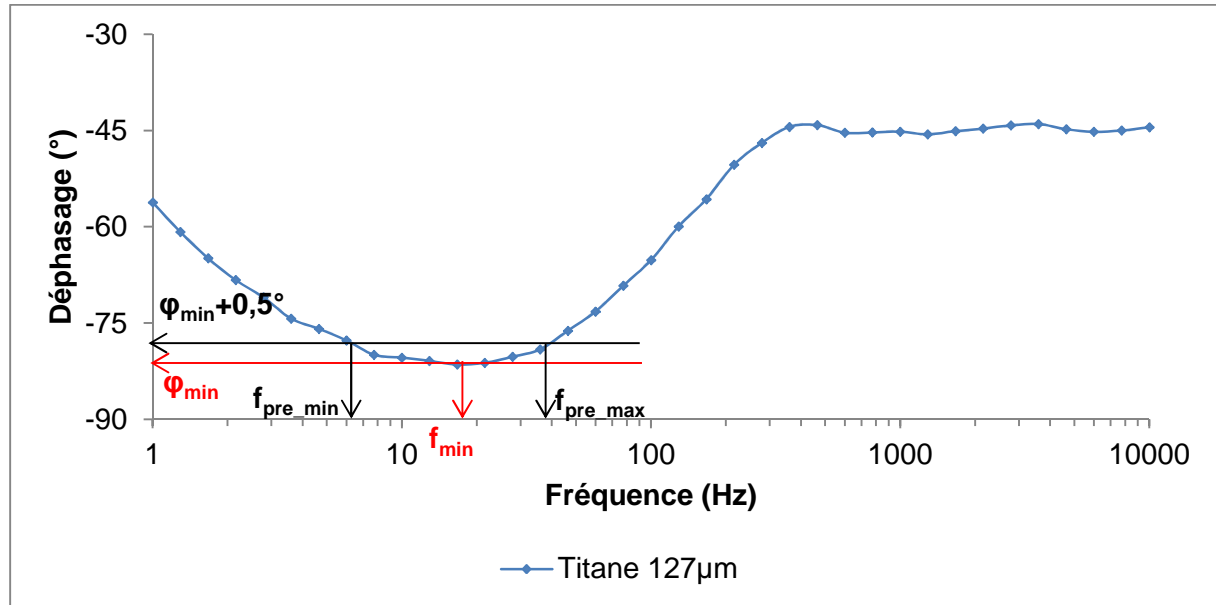


Figure 3.23. Détermination de la fréquence au déphasage minimal

### 3.7. Vérification de la mesure de déphasage

Pour vérifier si notre montage est bien réglé et fonctionne correctement, nous allons vérifier les mesures à haute fréquence. Un échantillon de grande épaisseur donne un déphasage  $-45^\circ$  pour presque toutes les fréquences sauf aux basses fréquences en raison d'un effet 3D du transfert thermique. Un effet 3D apparaît quand le rayon du faisceau laser  $r_0$  est comparable à la longueur de diffusion thermique  $L_{diffusion\ thermique} = (D/f)^{0.5}$  ou plus petite.

La figure 3.24 montre un exemple de résultat pour une plaque Inox 304L d'épaisseur 3cm qui donne un déphasage constant à  $-45^\circ$  pour les hautes fréquences. Ce déphasage est mesuré par  $\Delta\phi_{thermique-laser} = \Delta\phi_1 - \Delta\phi_2$ , c'est-à-dire que la différence de déphasage de défaut du détecteur infrarouge et de la photodiode est négligeable  $\Delta\phi_{détecteur\_IR} - \Delta\phi_{photodiode} \approx 0^\circ$ .

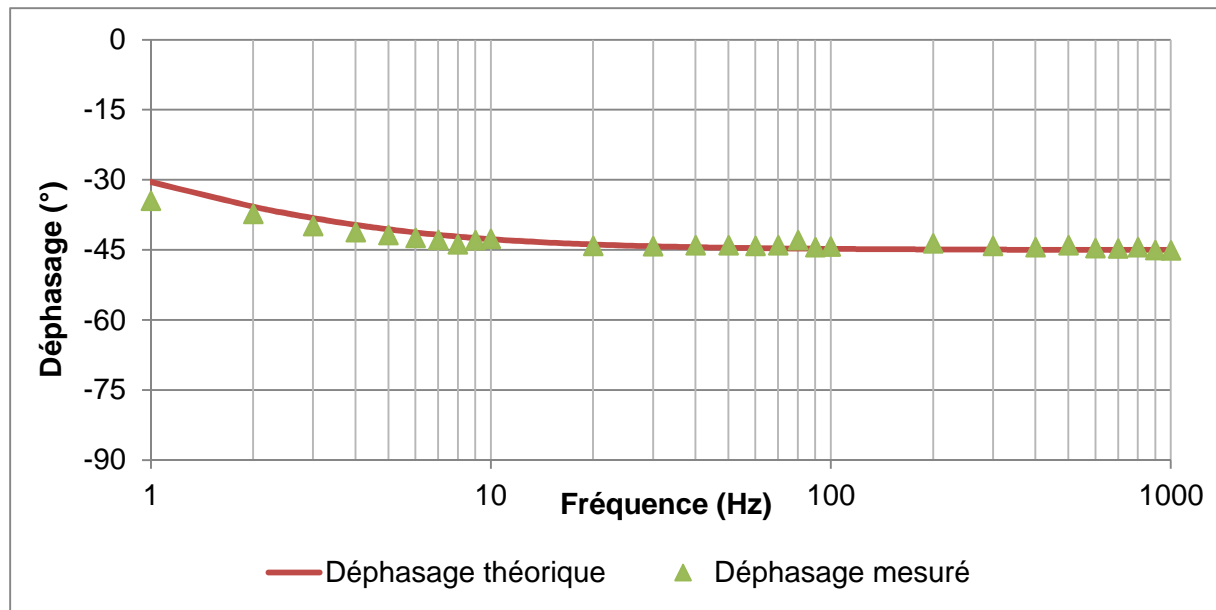


Figure 3.24. Déphasage de l'Inox 304 L 3 cm d'épaisseur

### 3.8. Conclusion du chapitre 3

Ce chapitre a présenté l'ensemble des dispositifs que nous allons utiliser pour les mesures au chapitre 4: un générateur de fonction, un laser à fibre délivrant un faisceau gaussien de longueur d'onde 1080nm (Manlight ML50-CWR-TKS), une photodiode 300nm à 1100nm (FND-100), un détecteur infrarouge de 1,5 $\mu$ m à 11 $\mu$ m (Vigo PVMI-3TE-10.6), un amplificateur à détection synchrone (SR530 Stanford research systems). Le rayon de faisceau laser a été mesuré:  $r_0=1740\mu\text{m}\pm 30\mu\text{m}$ . La mise en place, la calibration des dispositifs et la vérification de la mesure de déphasage sont aussi détaillées dans ce chapitre.

La procédure des essais expérimentaux consiste à chauffer un échantillon à une température de 50°C à 200°C par le laser Manlight. Le signal thermique est collecté par le détecteur Vigo, le signal de laser est collecté par la photodiode FND-100. Le déphasage entre le signal thermique et le signal du laser est mesuré grâce à l'amplificateur SR530. L'épaisseur et la diffusivité thermique sont déterminées à partir de la valeur et de la fréquence du déphasage minimum.

# Chapitre 4. Résultats expérimentaux

|   |            |
|---|------------|
| <b>4.1. CONDITIONS EXPERIMENTALES ET EVALUATION DES INCERTITUDES</b>                              | <b>98</b>  |
| 4.1.1. CONDITIONS EXPERIMENTALES .....  | 98         |
| 4.1.2. EVALUATION D'INCERTITUDES .....  | 99         |
| 4.1.2.1. CALCUL D'INCERTITUDE COMPOSEE DE LA MESURE DE L'ÉPAISSEUR ET DE LA DIFFUSIVITE THERMIQUE | 99         |
| 4.1.2.2. SOURCES D'INCERTITUDES .....   | 100        |
| <b>4.2. LES PLAQUES METALLIQUES</b>   | <b>101</b> |
| 4.2.1. CARACTERISTIQUES DES PLAQUES .....   | 101        |
| 4.2.2. NOTATIONS .....  | 102        |
| 4.2.3. RESULTATS DE MESURES DU DEPHASAGE .....  | 104        |
| 4.2.3.1. Titane.....  | 105        |
| 4.2.3.2. Inox 304L .....  | 106        |
| 4.2.3.3. Fer.....   | 107        |
| 4.2.3.4. Nickel .....   | 108        |
| 4.2.3.5. Tungstène .....  | 109        |
| 4.2.3.6. Zinc .....   | 110        |
| 4.2.3.7. Molybdène.....   | 112        |
| 4.2.3.8. Discussions et conclusions du résultat des plaques .....                                 | 113        |
| <b>4.3. LES GAINES ZIRCALOY-4</b>   | <b>115</b> |
| 4.3.1. CARACTERISTIQUE DES GAINES ZIRCALOY-4 .....  | 115        |
| 4.3.2. RESULTATS DE MESURE DE DEPHASAGE .....   | 116        |
| 4.3.2.1. GAINÉ ZIRCALOY-4 VIERGE .....  | 116        |
| 4.3.2.2. GAINÉ ZIRCALOY-4 AVEC COUCHE D'OXYDE .....   | 117        |
| <b>4.4. OPTIMISATION DES MESURES</b>  | <b>120</b> |
| 4.4.1. METHODE D'OPTIMISATION .....   | 120        |
| 4.4.2. RESULTATS OPTIMISES DE L'ÉPAISSEUR ET DE LA DIFFUSIVITE THERMIQUE .....                    | 123        |
| <b>4.5. CONCLUSIONS DU CHAPITRE 4</b>   | <b>125</b> |

Ce chapitre a pour objectif de vérifier expérimentalement la validité des formules (2-35) et (2-37) permettant de déterminer l'épaisseur et la diffusivité thermique de plaques. L'étude porte sur des plaques métalliques puis des gaines de combustibles, ces dernières constituant une application dédiée au domaine du nucléaire. Les incertitudes de mesures sont déterminées, ainsi que les conditions optimales de mesure.

## 4.1. Conditions expérimentales et évaluation des incertitudes

### 4.1.1. Conditions expérimentales

Tous nos essais expérimentaux sont réalisés avec un même diamètre de faisceau laser qui est mesuré au chapitre 3. La puissance du laser est modifiée en fonction de l'épaisseur et des propriétés thermiques de l'échantillon.

Une condition pour pouvoir déterminer le minimum de déphasage est que le rapport entre le rayon de faisceau laser et l'épaisseur de l'échantillon soit entre deux et cent :

$2 \leq \frac{r_0}{L} \leq 100$  (cf. paragraphe 2.2.3.5). Dans notre cas, le rayon du faisceau laser est  $1740\mu\text{m}$ , les épaisseurs que l'on peut mesurer se situent donc entre  $20\mu\text{m}$  et  $900\mu\text{m}$ .

Pour mesurer les épaisseurs en dehors de cet intervalle ( $20\mu\text{m} \leq L \leq 900\mu\text{m}$ ), il faut modifier le rayon du faisceau laser, ce qui peut être réalisé à l'aide d'un système optique (cf. figure 4.1).

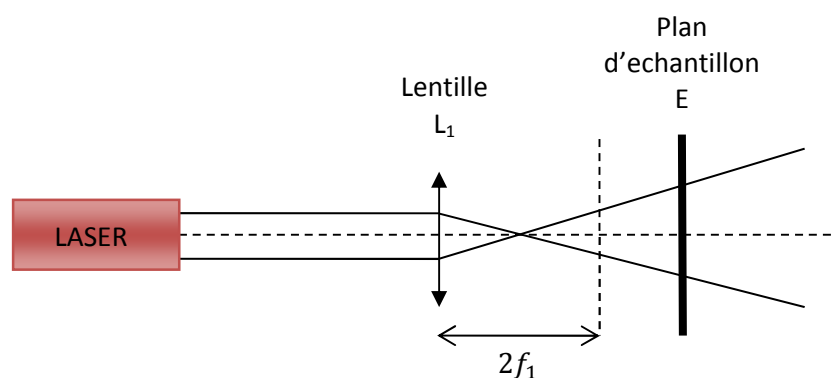


Figure 4.1. Système d'agrandisseur du faisceau de laser

Par exemple, pour mesurer un échantillon d'épaisseur  $L_e$  supérieure à  $900\mu\text{m}$ , il est nécessaire que la taille du faisceau sur l'échantillon soit supérieure à  $1800\mu\text{m}$ . On utilise pour cela une lentille  $L_1$  de distance focale  $f_1$  placée sur le faisceau laser avant l'échantillon. La taille du faisceau dans le plan de l'échantillon E est multipliée par un facteur :

$f_{agrandissement} = \frac{L_1 E - f_1}{f_1}$ . Pour que la taille du faisceau sur l'échantillon soit supérieure à sa

taille initiale, il donc faut choisir une distance :  $L_1 E > 2 f_1$ .

A l'inverse, pour mesurer les échantillons de moins de 20  $\mu\text{m}$  d'épaisseur, il faut choisir une distance  $L_1 E < 2 f_1$  pour réduire le diamètre de faisceau sur l'échantillon.

Dans le cas d'une faible épaisseur ou d'une grande épaisseur, il est aussi nécessaire de faire évoluer la puissance de chauffage pour avoir un signal suffisant tout en limitant l'élévation de température.

## 4.1.2. Evaluation d'incertitudes

Les incertitudes intervenant sur la détermination de l'épaisseur et de la diffusivité thermique d'une plaque à partir des formules (2.35) et (2.37) sont, d'une part l'incertitude liée à la mesure du rayon à 1/e du faisceau laser dans le plan de l'échantillon, d'autre part l'incertitude de la détermination du minimum de déphasage et de sa fréquence.

### 4.1.2.1. Calcul d'incertitude composée de la mesure de l'épaisseur et de la diffusivité thermique

D'après la formule de propagation de l'incertitude<sup>86</sup>, les incertitudes composées relatives à l'épaisseur et à la diffusivité thermique sont déterminées par les équations suivantes:

$$\delta L = \sqrt{\left(\frac{\partial L}{\partial r_0}\right)^2 (\delta r_0)^2 + \left(\frac{\partial L}{\partial \varphi_{min}}\right)^2 (\delta \varphi_{min})^2} \quad \text{avec } L = \frac{r_0}{\zeta_\varphi} \ln \frac{90}{|\varphi_{min}|}$$

$$\Rightarrow \delta L = \sqrt{\left(\frac{1}{\zeta_\varphi} \ln \frac{90}{|\varphi_{min}|}\right)^2 (\delta r_0)^2 + \left(\frac{r_0}{\zeta_\varphi |\varphi_{min}|}\right)^2 (\delta \varphi_{min})^2}$$

$$\delta D = \sqrt{\left(\frac{\partial D}{\partial r_0}\right)^2 (\delta r_0)^2 + \left(\frac{\partial D}{\partial L}\right)^2 (\delta L)^2 + \left(\frac{\partial D}{\partial f_{min}}\right)^2 (\delta f_{min})^2}$$

$$\text{avec } D_c = \frac{1}{\zeta_f} f_{min} L r_0 = \frac{r_0^2}{\zeta_f \zeta_\varphi} f_{min} \ln \frac{90}{|\varphi_{min}|}$$

$$\Rightarrow \delta D = \sqrt{\left(\frac{1}{\zeta_f} f_{min} L\right)^2 (\delta r_0)^2 + \left(\frac{1}{\zeta_f} f_{min} r_0\right)^2 (\delta L)^2 + \left(\frac{1}{\zeta_f} L r_0\right)^2 (\delta f_{min})^2}$$

Les différentes sources d'incertitudes sont listées et évaluées dans le paragraphe suivant.

#### 4.1.2.2. Sources d'incertitudes

➤ **Incertitudes dans la détermination du rayon du faisceau laser :  $\delta r_0 \approx \pm 30 \mu\text{m}$**

- *Incertitude de la méthode de mesure* : le rayon à 1/e a été évalué au paragraphe 3.1.2.2 à  $1740 \pm 30 \mu\text{m}$ .

- *Incertitude du positionnement du plan de l'échantillon* : La mesure du rayon du faisceau laser est réalisée sur un plan perpendiculaire à la direction du faisceau laser. Par contre, pendant les essais expérimentaux, ce plan est tourné légèrement de quelques degrés pour s'affranchir de la réflexion spéculaire. Les conséquences de cet effet sur le rayon de faisceau sont négligeables par rapport aux autres sources d'incertitudes.

➤ **Incertitudes dans la détermination du minimum du déphasage :  $\delta \varphi_{\min} \approx \pm 0,5^\circ$**

- *Incertitude de l'observation sur l'amplificateur à détection synchrone du déphasage entre la photodiode et le générateur* : Les valeurs du déphasage  $\Delta\varphi_1$  obtenues varient typiquement de  $\pm 0,1^\circ$  autour de la valeur finalement retenue. Ces fluctuations sont attribuées aux bruits constitutifs de l'amplificateur à détection synchrone.

- *Incertitude liée à la position de la photodiode* : une étude après réajustements successifs de la position de la photodiode indique une faible variation de la valeur de la phase de  $\pm 0,05^\circ$ .

- *Incertitude de répétabilité de la mesure du déphasage de la photodiode* : le déphasage est mesuré à différentes dates indique une variation de  $\pm 0,1^\circ$ .

- *Incertitude de l'observation sur l'amplificateur à détection synchrone du déphasage entre le détecteur IR et le générateur* : Les valeurs du déphasage  $\Delta\varphi_2$  varient typiquement de  $\pm 0,3^\circ$  à  $\pm 0,4^\circ$  pour les fréquences de 1Hz à 2Hz, de  $\pm 0,2^\circ$  à  $\pm 0,3^\circ$  pour les fréquences de 2Hz à 100Hz (domaine où se trouve souvent le minimum de déphasage) et de  $\pm 0,4^\circ$  à  $\pm 0,6^\circ$  pour les fréquences de 100Hz à 1kHz. L'incertitude de la mesure pyrométrique est supérieure à celle de la mesure par photodiode car le rapport signal sur bruit est plus faible.

- *Incertitude liée à la position du détecteur IR (cf. figure 3.19)* : pour évaluer l'incertitude du positionnement du détecteur IR, nous le déplaçons latéralement à l'aide d'une vis de réglage micrométrique par pas de 0,1mm. On retrouve une variation gaussienne du signal IR liée au profil gaussien du chauffage. Dans nos essais, le détecteur IR est donc réglé en haut de cette gaussienne à  $\pm 0,5\text{mm}$ . L'erreur due au fait que la mesure est faite sur  $800 \mu\text{m}$  au lieu d'être ponctuelle sera pris en compte au paragraphe 4.4. Avec une erreur de positionnement transverse de 0,5 mm autour du centre de la zone chauffée, la variation du déphasage est de  $\pm 0,1^\circ$ .

- *Incertitude de répétabilité de la mesure du déphasage du détecteur IR* : le déphasage est mesuré à différentes jours indique une variation de  $\pm 0,2^\circ$ .

L'incertitude de déphasage est la somme quadratique des incertitudes listées ci-dessus. La prise en compte de toutes ces sources d'incertitude amène à une incertitude globale d'environ de  $\pm 0.5^\circ$  sur la détermination du minimum de déphasage.

➤ **Incertitude dans la détermination de la fréquence au minimum de déphasage**

$f_{\min}$  :  $\delta f_{\min} \approx -5\%$  et  $+10\%$

- *Incertitude sur le réglage de la fréquence modulation* : elle est de  $\pm 0,01$  Hz pour les fréquences de 1 Hz à 10 Hz et  $\pm 0.1$  Hz pour les fréquences supérieures à 10Hz. Cette incertitude, est négligeable devant la suivante.
- *Incertitude sur la détermination de  $f_{\min}$  sur la courbe de déphasage* : il existe un intervalle autour de  $f_{\min}$  de  $-5\%$  à  $+10\%$  où la valeur du minimum de déphasage est difficile à distinguer. A cause de l'échelle logarithmique, l'incertitude aux valeurs supérieures est plus grande que l'incertitude aux valeurs inférieures (cf. figure 4.2). Dans les calculs expérimentaux, cette incertitude est élargie à  $\pm 10\%$ .

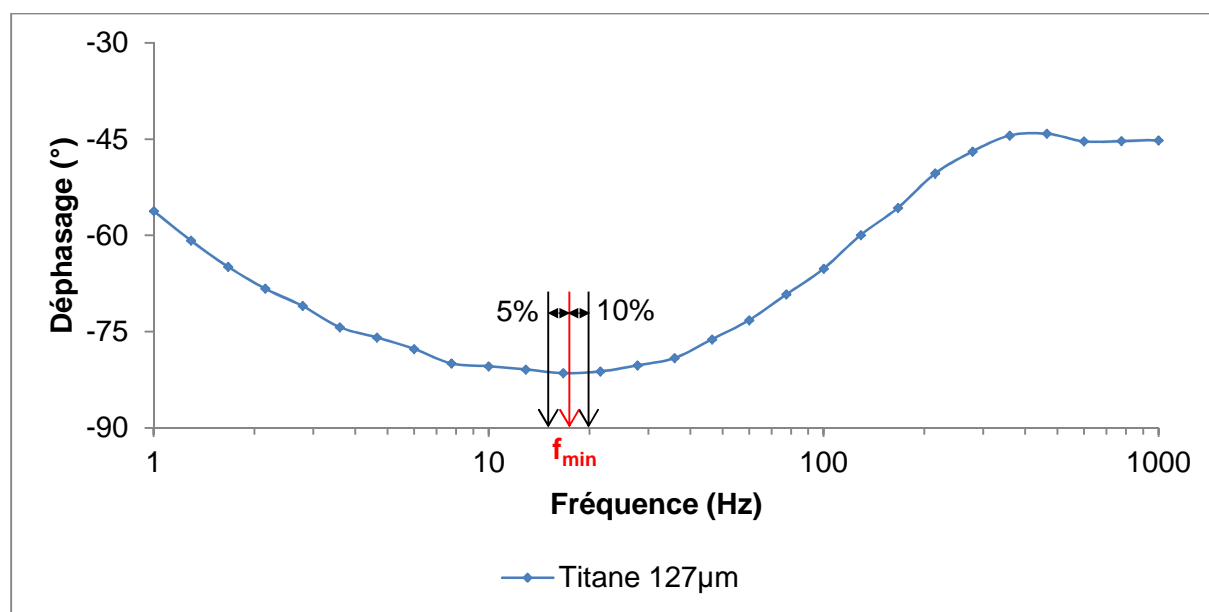


Figure 4.2. Exemple de l'incertitude de la fréquence au déphasage minimum de titane 127μm

## 4.2. Les plaques métalliques

### 4.2.1. Caractéristiques des plaques

Toutes les plaques sont de dimensions 5 x 5 cm<sup>2</sup> (cf. figure 4.3), les caractéristiques données par le fournisseur sont présentées dans le tableau 4.1 suivant:

Tableau 4.1. Caractéristiques des plaques métalliques

| Matériau  | Epaisseur $\pm 10\%$ | Pureté (%) | Etat    |
|-----------|----------------------|------------|---------|
| Nickel    | 0,1mm                | inconnue   | inconnu |
| Nickel    | 0,5mm                | 99,0+ %    | Laminé  |
| Molybdène | 0,2mm                | 99,9 %     | Recuit  |
| Titane    | 0,1mm                | 99,6+ %    | Recuit  |
| Titane    | 0,5mm                | 99,6+ %    | Recuit  |
| Tungstène | 0,1mm                | 99,95 %    | Laminé  |
| Fer       | 0,5mm                | 99,5 %     | Dur     |
| Zinc      | 0,5mm                | 99,95 %    | Laminé  |
| Zinc      | 0,1mm                | 99,95 %    | Laminé  |
| Inox 304L | 0,4mm                | inconnu    | inconnu |

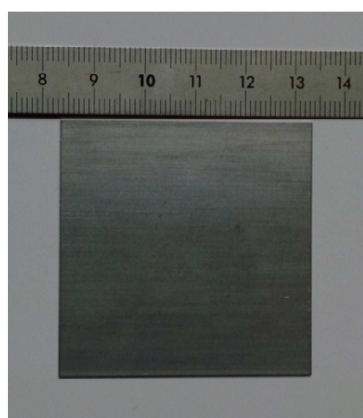


Figure 4.3. Exemple d'un échantillon de Zinc 508 $\mu\text{m}$

## 4.2.2. Notations

Les résultats de mesure du déphasage obtenus avec les plaques métalliques sont présentés sur les figures 4.8 à 4.13. Les tableaux 4.2 à 4.7 présentent les résultats de mesure des différents paramètres:

- (1) – La puissance moyenne du laser qui est mesurée grâce au montage de la figure 3.3.
- (2) – La température est mesurée par un thermocouple placé en face arrière de l'échantillon avec une incertitude de  $\pm 5^\circ\text{C}$  (cf. figure 4.4). Comme les échantillons sont de faibles épaisseurs, inférieures à 1mm, la température mesurée en face avant peut être estimée par modélisation, la différence est de l'ordre de  $5^\circ\text{C}$  à  $10^\circ\text{C}$ .

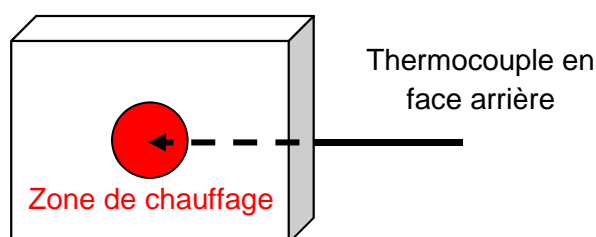


Figure 4.4. Schéma d'installation de la mesure de température



(3) –  $D_{\text{réf}}$ , diffusivité thermique de référence est donnée à la température mesurée<sup>87</sup>. Les valeurs de référence sont données pour les matériaux recuits et de haute pureté.

(4) –  $L_{\text{réf}}$ , épaisseur de référence est mesurée au laboratoire par une colonne de mesure. La colonne de mesure est un dispositif de mesure avec un contact surfacique. Ces mesures sont rapides et fiables.

(5) –  $r_0$ , rayon de faisceau laser est mesuré à l'aide d'une caméra CCD (cf. chapitre 3)

(6) –  $\varphi_{\text{min}}$  et  $f_{\text{min}}$ , valeur et fréquence du déphasage minimal sont mesurées sur la courbe de déphasage (cf. paragraphe 4.1.2).

(7) –  $L_m$ , épaisseur est déterminée par la formule (2-35)  $L = \frac{r_0}{\zeta_\varphi} \ln \frac{90}{|\varphi_{\text{min}}|}$ .

(8) –  $D_{m1}$ , diffusivité thermique est déterminée par la formule (2-37)  $D_c = \frac{1}{\zeta_f} f_{\text{min}} L r_0$  avec  $L = L_m$  déterminée en (7).

(9) –  $D_{m2}$  diffusivité thermique est déterminée par la formule  $D_c = \frac{1}{\zeta_f} f_{\text{min}} L r_0$  avec  $L = L_{\text{ref}}$  valeur de référence déterminée en (4).

Nous présentons également l'écart à la valeur de référence et l'incertitude (cf. paragraphe 4.1.2.1) exprimée en % des mesures de l'épaisseur et de la diffusivité thermique.

Nous allons aussi comparer les résultats obtenus avec la méthode d'ajustement qui utilise le modèle théorique développé au chapitre 2. Le meilleur ajustement correspond à la valeur minimale de la somme des écarts quadratiques entre les valeurs théoriques et les valeurs expérimentales à différentes fréquences (cf. figure 4.5).

$$\text{Meilleur ajustement} = \min \left( \sum \delta\varphi_{\text{théorique-expérimental}}^2 \right)$$

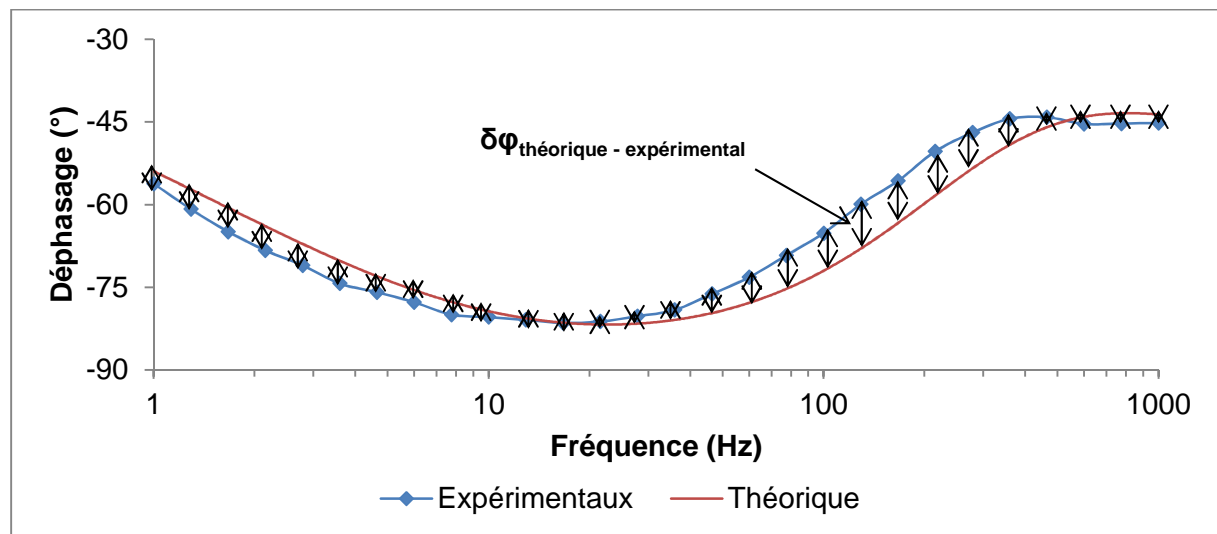


Figure 4.5. Illustration de la méthode d'ajustement des paramètres

### **4.2.3. Résultats de mesures du déphasage**

Les résultats des déphasages pour différents matériaux (titane, inox 304L, fer, nickel, tungstène, molybdène, zinc) sont donnés sur la figure 4.6 à 4.13. Les mesures de l'épaisseur et de la diffusivité thermique sont dans les tableaux 4.2 à 4.10. Les discussions et conclusions pouvant être communes aux différents résultats, certains commentaires des figures sont présentés dans le paragraphe suivant 4.2.4.

### 4.2.3.1. Titane

L'amplitude thermique obtenue est suffisamment grande pour que le signal thermique ne soit pas perturbé par le bruit sur toute la plage de fréquences de 1Hz à 1kHz. Les déphasages obtenus sont stables avec une incertitude de moins de 0,5°.

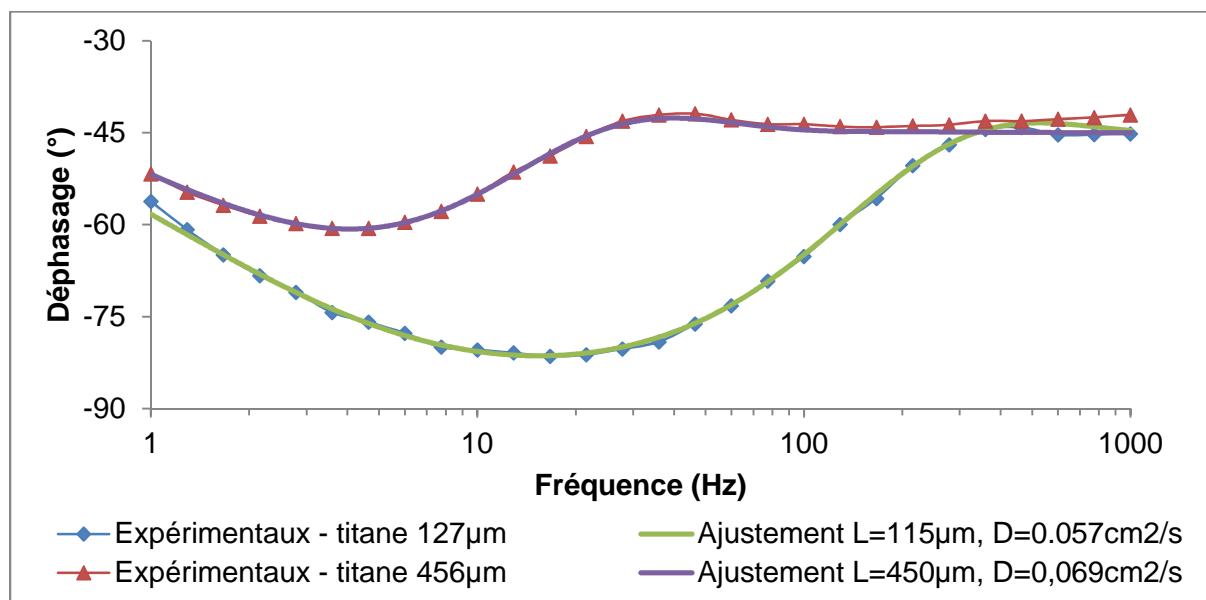


Figure 4.6. Mesures du déphasage en fonction de la fréquence pour 2 plaques de Titane d'épaisseurs 127  $\mu\text{m}$  et 456  $\mu\text{m}$  et courbes d'ajustement correspondantes

Tableau 4.2. Résultats des mesures sur la plaque de Titane

| Indice | Titane  |                    | Plaque 1 – 127 $\mu\text{m}$ | Plaque 2 – 456 $\mu\text{m}$ |
|--------|---|--------------------|------------------------------|------------------------------|
| 1      | Puissance moyenne                             | W                  | 2,5                          | 7,5                          |
| 2      | Température                                   | °C                 | 130 $\pm$ 5                  | 140 $\pm$ 5                  |
| 3      | D <sub>réf</sub> référence                    | cm <sup>2</sup> /s | 0,082 $\pm$ 0,008            | 0,081 $\pm$ 0,008            |
| 4      | L <sub>réf</sub> référence                    | $\mu\text{m}$      | 127 $\pm$ 2,5                | 456 $\pm$ 2,5                |
| 5      | r <sub>0</sub> mesuré                         | $\mu\text{m}$      | 1740 $\pm$ 30                |                              |
| 6      | $\varphi_{\min}$ mesuré                       | °                  | -81 $\pm$ 0,5                | -60,3 $\pm$ 0,5              |
|        | f <sub>min</sub> mesurée                      | Hz                 | 18,5 $\pm$ 1,9               | 4,25 $\pm$ 0,4               |
| 7      | L <sub>m</sub> mesurée                        | $\mu\text{m}$      | 121 $\pm$ 7                  | 458 $\pm$ 12                 |
|        |   | écart              | 5%                           | 0,5%                         |
|        |   | incertitude        | 6%                           | 3%                           |
| 8      | D <sub>m1</sub> mesurée avec L <sub>m</sub>   | cm <sup>2</sup> /s | 0,072 $\pm$ 0,09             | 0,074 $\pm$ 0,008            |
|        |   | écart              | 12%                          | 9%                           |
|        |   | incertitude        | 12%                          | 10.5%                        |
| 9      | D <sub>m2</sub> mesurée avec L <sub>réf</sub> | cm <sup>2</sup> /s | 0,076 $\pm$ 0,008            | 0,073 $\pm$ 0,007            |
|        |   | écart              | 8%                           | 10%                          |
|        |   | incertitude        | 10%                          | 9.5%                         |

### 4.2.3.2. Inox 304L

Comme dans le cas de titane, avec une température de 180°C, le signal thermique est fort et le déphasage est stable avec une faible incertitude.

La méthode d'ajustement donne des résultats qui correspondent aux résultats donnés par les formules simples. Les données de la littérature correspondent à des alliages de fer dont la composition chimique est proche de celle de l'inox 304L (alliage de fer avec nickel, chrome et quelques autres matériaux).

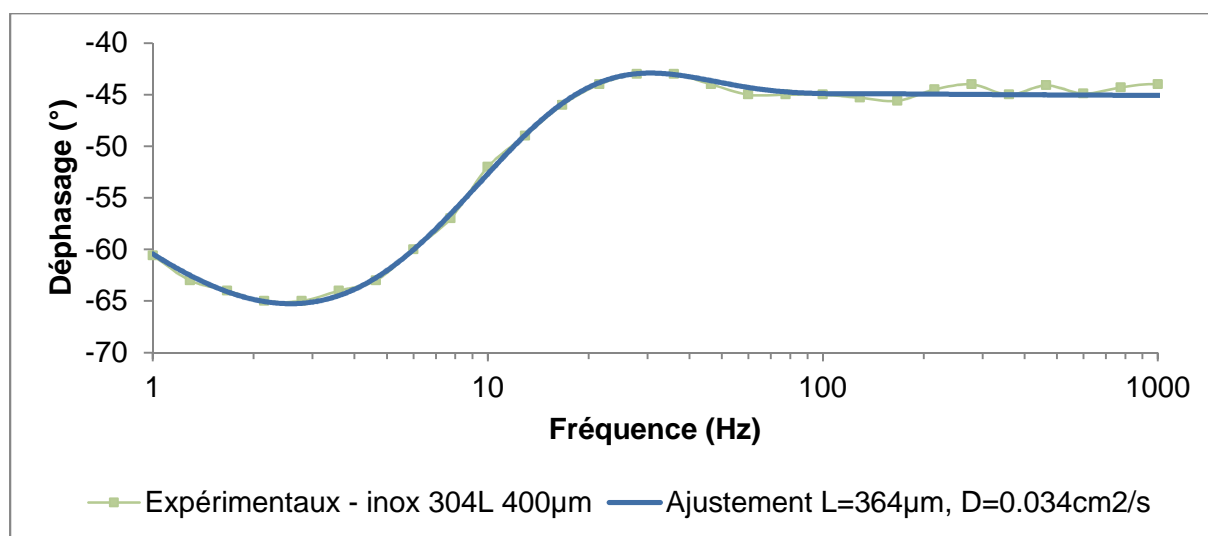


Figure 4.7. Déphasage en fonction de la fréquence pour une plaque d'Inox 304L d'épaisseur 400µm et courbes d'ajustement correspondantes

Tableau 4.3. Mesure de l'épaisseur et de la diffusivité thermique d'Inox

| Indice | Inox 304L                                     |                    |             |
|--------|---|--------------------|-------------|
| 1      | Puissance moyenne                             | W                  | 11,5        |
| 2      | Température                                   | °C                 | 180±5       |
| 3      | D <sub>réf</sub> référence                    | cm <sup>2</sup> /s | 0,039±0,004 |
| 4      | L <sub>réf</sub> référence                    | µm                 | 400±2,5     |
| 5      | r <sub>0</sub> mesuré                         | µm                 | 1740±30     |
| 6      | φ <sub>min</sub> mesuré                       | °                  | -64,8±0,5   |
|        | f <sub>min</sub> mesurée                      | Hz                 | 2,5±0,3     |
| 7      | L <sub>m</sub> mesurée                        | µm                 | 372±11      |
|        |   | écart              | 7%          |
|        |   | incertitude        | 3%          |
| 8      | D <sub>m1</sub> mesurée avec L <sub>m</sub>   | cm <sup>2</sup> /s | 0,034±0,003 |
|        |   | écart              | 11.5%       |
|        |   | incertitude        | 9%          |
| 9      | D <sub>m2</sub> mesurée avec L <sub>réf</sub> | cm <sup>2</sup> /s | 0,037±0,003 |
|        |   | écart              | 5%          |
|        |   | incertitude        | 9%          |

### 4.2.3.3. Fer

Comme pour l'inox 304L, une puissance de 11,5W a été utilisée pour chauffer l'échantillon de fer d'épaisseur 496 $\mu$ m. Dans ce cas, la température est moins élevée car la diffusivité thermique du fer est plus grande que celle de l'inox. A haute fréquence, le signal thermique n'est pas suffisant fort, donc une instabilité du déphasage est observée.

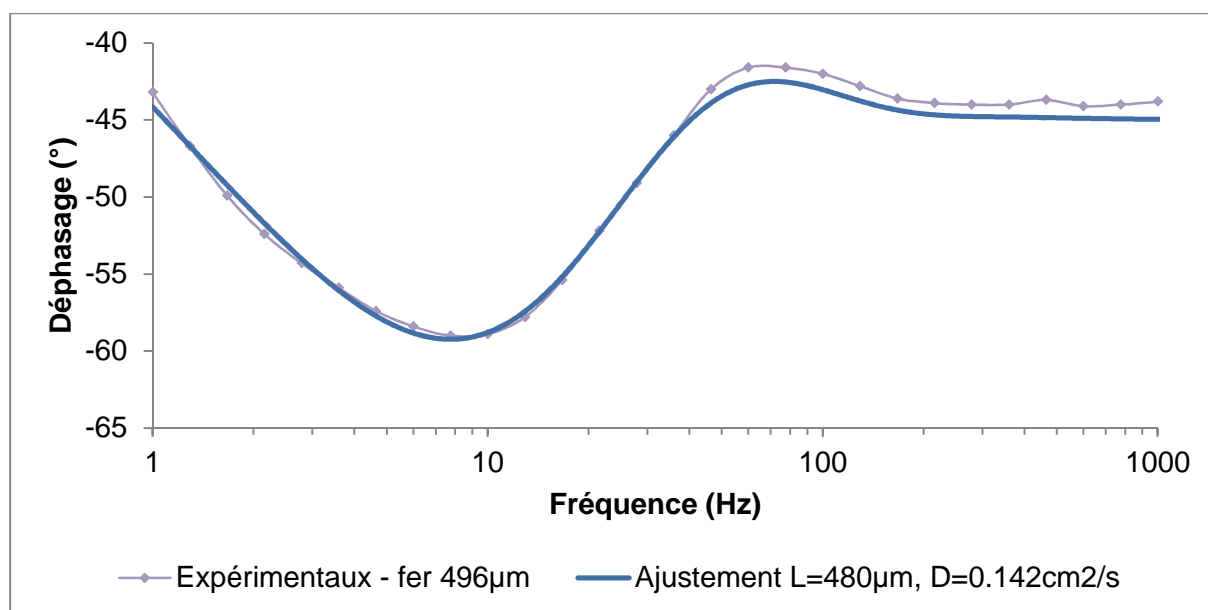


Figure 4.8. Déphasage en fonction de la fréquence pour une plaque de Fer d'épaisseur 496 $\mu$ m et courbes d'ajustement correspondantes

Tableau 4.4. Mesure de l'épaisseur et de la diffusivité thermique de Fer

| Indice | Fer   |                    |                   |
|--------|---|--------------------|-------------------|
| 1      | Puissance moyenne                             | W                  | 11,5              |
| 2      | Température                                   | °C                 | 90 $\pm$ 5        |
| 3      | D <sub>réf</sub> référence                    | cm <sup>2</sup> /s | 0,191 $\pm$ 0,019 |
| 4      | L <sub>réf</sub> référence                    | $\mu$ m            | 496 $\pm$ 2,5     |
| 5      | r <sub>0</sub> mesuré                         | $\mu$ m            | 1740 $\pm$ 30     |
| 6      | $\phi_{\min}$ mesuré                          | °                  | -58,8 $\pm$ 0,5   |
|        | f <sub>min</sub> mesurée                      | Hz                 | 9 $\pm$ 0,9       |
| 7      | L <sub>m</sub> mesurée                        | $\mu$ m            | 489 $\pm$ 13      |
|        |   | écart              | 1.5%              |
|        |   | incertitude        | 3%                |
| 8      | D <sub>m1</sub> mesurée avec L <sub>m</sub>   | cm <sup>2</sup> /s | 0,168 $\pm$ 0,018 |
|        |   | écart              | 12%               |
|        |   | incertitude        | 10.5%             |
| 9      | D <sub>m2</sub> mesurée avec L <sub>réf</sub> | cm <sup>2</sup> /s | 0,171 $\pm$ 0,017 |
|        |   | écart              | 10.5%             |
|        |   | incertitude        | 10%               |

#### 4.2.3.4. Nickel

La courbe de déphasage du Nickel 506µm est proche de celle du Fer 496 µm car l'épaisseur et la diffusivité thermique de ces deux échantillons sont proches. La température et le signal thermique de la plaque 506µm est plus petite que celle de la plaque 100µm, c'est pour cette raison que nous observons que le déphasage de la plaque 506µm correspond moins à la valeur théorique.

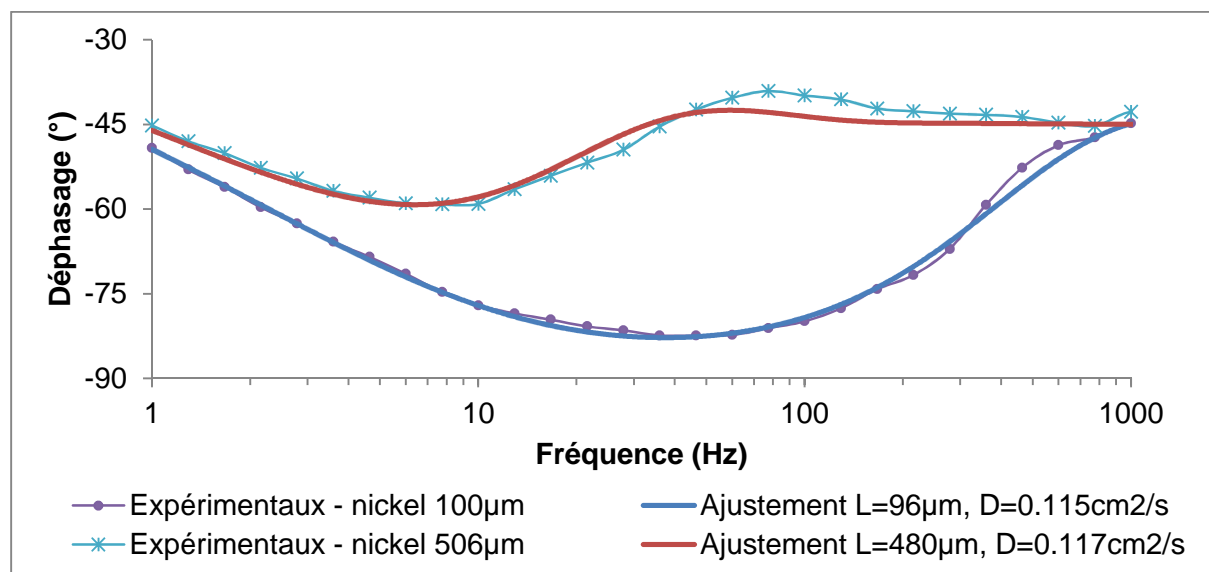


Figure 4.9. Déphasage en fonction de la fréquence pour Nickel 100µm et 506µm et courbes d'ajustement correspondantes

Tableau 4.5. Mesure de l'épaisseur et de la diffusivité thermique d'Inox

| Indice | Nickel  |                    | Plaque 1 – 100µm | Plaque 2 – 506µm |
|--------|---|--------------------|------------------|------------------|
| 1      | Puissance moyenne                             | W                  | 4,2              | 11,5             |
| 2      | Température                                   | °C                 | 130±5            | 70±5             |
| 3      | D <sub>réf</sub> référence                    | cm <sup>2</sup> /s | 0,185±0,018      | 0,204±0,020      |
| 4      | L <sub>réf</sub> référence                    | µm                 | 100±2,5          | 506±2,5          |
| 5      | r <sub>0</sub> mesuré                         | µm                 | 1740±30          |                  |
| 6      | φ <sub>min</sub> mesuré                       | °                  | -82,5±0,5        | -58,8±0,5        |
|        | f <sub>min</sub> mesurée                      | Hz                 | 50±5             | 9±0,9            |
| 7      | L <sub>m</sub> mesurée                        | µm                 | 100±7            | 489±13           |
|        |   | écart              | 0.5%             | 3.5%             |
|        |   | incertitude        | 7%               | 2.5%             |
| 8      | D <sub>m1</sub> mesurée avec L <sub>m</sub>   | cm <sup>2</sup> /s | 0,158±0,020      | 0,168±0,018      |
|        |   | écart              | 14.5%            | 17.5%            |
|        |   | incertitude        | 12.5%            | 10.5%            |
| 9      | D <sub>m2</sub> mesurée avec L <sub>réf</sub> | cm <sup>2</sup> /s | 0,159±0,017      | 0,174±0,018      |
|        |   | écart              | 14%              | 14.5%            |
|        |   | incertitude        | 10.5%            | 10%              |

#### 4.2.3.5. Tungstène

Comme pour le cas de nickel 506 $\mu$ m, le résultat de la courbe d'ajustement ne correspond pas très bien aux résultats expérimentaux à cause d'une faible température.

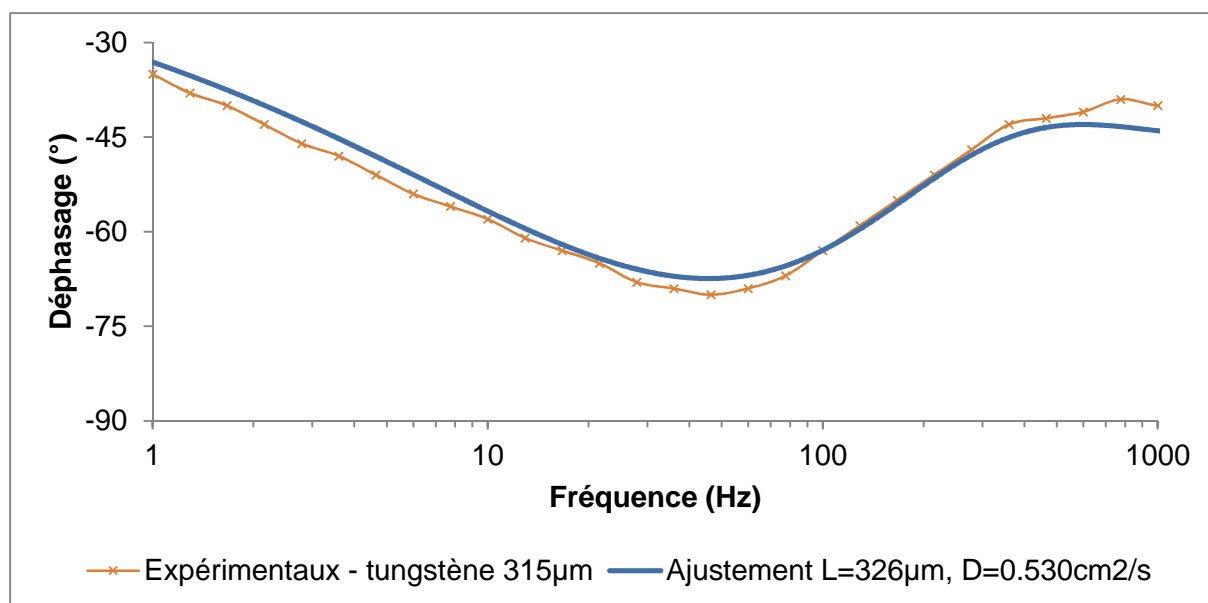


Figure 4.10. Déphasage en fonction de la fréquence pour Tungstène 315 $\mu$ m et courbes d'ajustement correspondantes

Tableau 4.6. Mesure de l'épaisseur et de la diffusivité thermique de Tungstène

| Indice | Tungstène                                     |                    |                   |
|--------|---|--------------------|-------------------|
| 1      | Puissance moyenne                             | W                  | 11,5              |
| 2      | Température                                   | °C                 | 70 $\pm$ 5        |
| 3      | D <sub>réf</sub> référence                    | cm <sup>2</sup> /s | 0,626 $\pm$ 0,062 |
| 4      | L <sub>réf</sub> référence                    | $\mu$ m            | 315 $\pm$ 2,5     |
| 5      | r <sub>0</sub> mesuré                         | $\mu$ m            | 1740 $\pm$ 30     |
| 6      | $\phi_{\min}$ mesuré                          | °                  | -69,5 $\pm$ 0,5   |
|        | f <sub>min</sub> mesurée                      | Hz                 | 55 $\pm$ 5,5      |
| 7      | L <sub>m</sub> mesurée                        | $\mu$ m            | 292 $\pm$ 10      |
|        |   | écart              | 7%                |
|        |   | incertitude        | 3%                |
| 8      | D <sub>m1</sub> mesurée avec L <sub>m</sub>   | cm <sup>2</sup> /s | 0,565 $\pm$ 0,060 |
|        |   | écart              | 10%               |
|        |   | incertitude        | 11%               |
| 9      | D <sub>m2</sub> mesurée avec L <sub>réf</sub> | cm <sup>2</sup> /s | 0,609 $\pm$ 0,062 |
|        |   | écart              | 3%                |
|        |   | incertitude        | 10%               |

#### 4.2.3.6. Zinc

On peut voir que le résultat sur l'échantillon 508 $\mu\text{m}$  est plus précis que sur l'échantillon 104 $\mu\text{m}$  en valeur de diffusivité thermique. L'échantillon 104 $\mu\text{m}$  a une mauvaise qualité de surface avec les taches blanches (cf. figure 4.11), mais ces taches n'ont pas d'influence sur la mesure de l'épaisseur. Par contre il est vraisemblable que la qualité de surface ait perturbé la mesure de la diffusivité thermique sur l'échantillon 104 $\mu\text{m}$ , donc peut-être que la dégradation n'est pas seulement surfacique. On ne peut pas conclure sur la précision de la mesure de la diffusivité thermique du zinc 104 $\mu\text{m}$  car la valeur de référence ne correspond pas à l'état de l'échantillon.

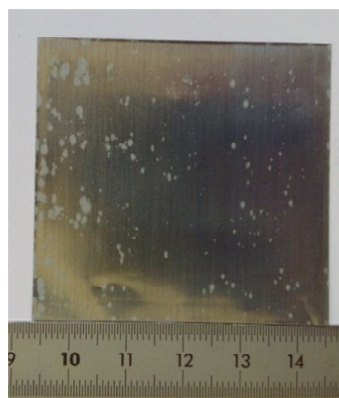


Figure 4.11. Echantillon de zinc 104 $\mu\text{m}$

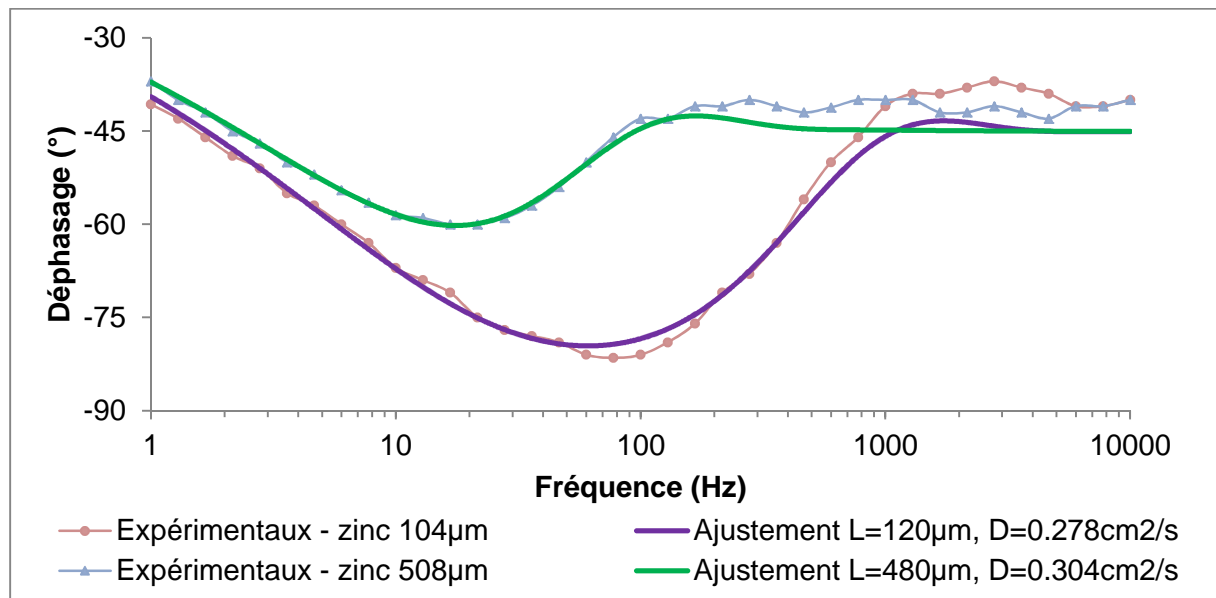


Figure 4.12. Déphasage en fonction de la fréquence pour Zinc 508 $\mu\text{m}$  et courbes d'ajustement correspondantes



Tableau 4.7. Mesure de l'épaisseur et de la diffusivité thermique de Zinc

|   | Zinc  |                    | Plaque 1 – 508µm | Plaque 2 – 104µm |
|---|---|--------------------|------------------|------------------|
| 1 | Puissance moyenne                             | W                  | 2,5              | 11,5             |
| 2 | Température                                   | °C                 | 90±5             | 60±5             |
| 3 | D <sub>réf</sub> référence                    | cm <sup>2</sup> /s | 0,395±0,039      | 0,408±0,04       |
| 4 | L <sub>réf</sub> référence                    | µm                 | 508±2,5          | 104±2,5          |
| 5 | r <sub>0</sub> mesuré                         | µm                 | 1740±30          |                  |
| 6 | φ <sub>min</sub> mesuré                       | °                  | -59,2±0,5        | -82.5±0,5        |
|   | f <sub>min</sub> mesurée                      | Hz                 | 19±2             | 88±9             |
| 7 | L <sub>m</sub> mesurée                        | µm                 | 481±13           | 100±7            |
|   |   | écart              | 5%               | 4%               |
|   |   | incertitude        | 13%              | 7%               |
| 8 | D <sub>m1</sub> mesurée avec L <sub>m</sub>   | cm <sup>2</sup> /s | 0,350±0,037      | 0.281±0,035      |
|   |   | écart              | 11.5%            | 31%              |
|   |   | incertitude        | 10.5%            | 12.5%            |
| 9 | D <sub>m2</sub> mesurée avec L <sub>réf</sub> | cm <sup>2</sup> /s | 0,369±0,037      | 0,292±0,031      |
|   |   | écart              | 6.5%             | 28.5%            |
|   |   | incertitude        | 10%              | 10.5%            |

### 4.2.3.7. Molybdène

Parmi tous les échantillons testés, le résultat de la diffusivité thermique  $D_{m2}$  du molybdène est la seule valeur qui soit supérieure à la valeur de référence. Cet échantillon est le seul qui a les caractéristiques proches l'échantillon de référence avec un taux de pureté de 99,9% et en état recuit (cf. paragraphe 4.2.1).

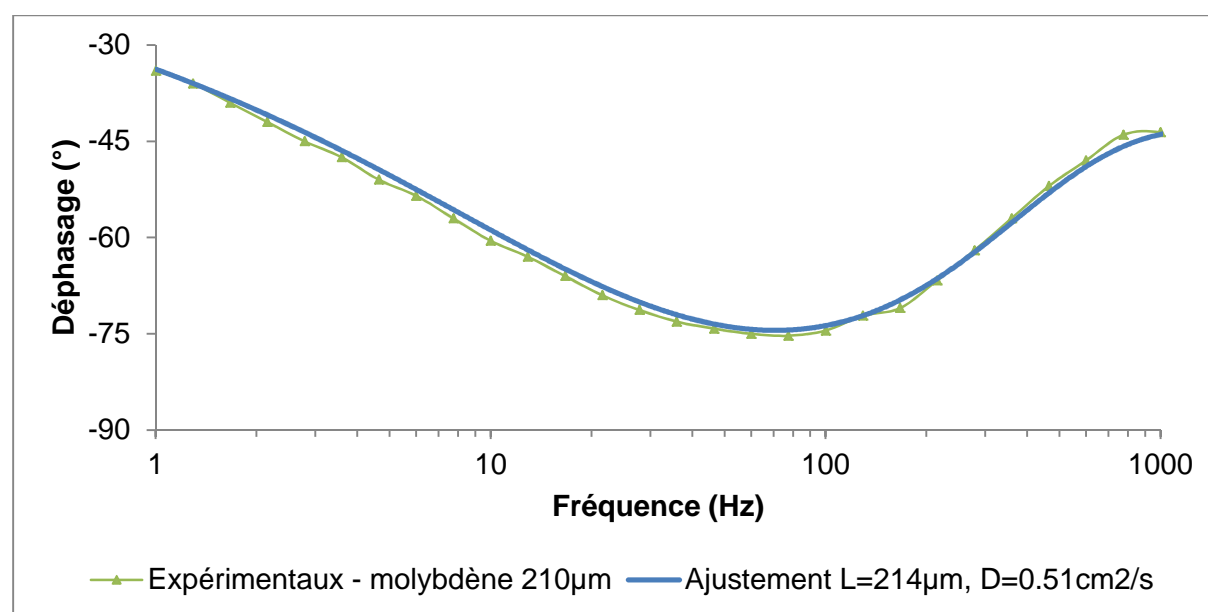


Figure 4.13. Déphasage en fonction de la fréquence pour Molybdène 210µm et courbes d'ajustement correspondantes

Tableau 4.8. Mesure de l'épaisseur et de la diffusivité thermique de Molybdène

| Indice | Molybdène                       |             |             |
|--------|---------------------------------|-------------|-------------|
| 1      | Puissance moyenne               | W           | 8           |
| 2      | Température                     | °C          | 90±5        |
| 3      | $D_{réf}$ référence             | cm²/s       | 0,52±0,052  |
| 4      | $L_{réf}$ référence             | µm          | 210±2,5     |
| 5      | $r_0$ mesuré                    | µm          | 1740±30     |
| 6      | $\phi_{min}$ mesuré             | °           | -75.5±0,5   |
|        | $f_{min}$ mesurée               | Hz          | 77.5±10     |
| 7      | $L_m$ mesurée                   | µm          | 198±8       |
|        |                                 | écart       | 5.5%        |
|        |                                 | incertitude | 4%          |
| 8      | $D_{m1}$ mesurée avec $L_m$     | cm²/s       | 0,515±0,057 |
|        |                                 | écart       | 1%          |
|        |                                 | incertitude | 11%         |
| 9      | $D_{m2}$ mesurée avec $L_{réf}$ | cm²/s       | 0,545±0,056 |
|        |                                 | écart       | 5%          |
|        |                                 | incertitude | 10%         |

#### 4.2.3.8. Discussions et conclusions du résultat des plaques

Sur les figures, on voit très bien la différence entre les courbes de déphasage obtenues pour deux plaques de même matériau mais avec des épaisseurs différentes. La puissance de chauffage pour les échantillons est différente car elle a été adaptée à l'épaisseur et au matériau. Avec une même puissance, la température est plus élevée pour les matériaux qui ont une diffusivité thermique plus faible (par exemple entre fer et inox, avec une puissance de 11,5W, la température de fer est 90°C et celle de l'inox est 180°C).

Une température élevée donne plus de signal thermique donc le déphasage obtenu par l'amplificateur à détection synchrone est plus stable. Par contre, une température élevée risque de créer une couche d'oxyde ce qu'on ne souhaite pas, donc il faut choisir une puissance raisonnable pour le niveau du signal thermique mais aussi pour ne pas détériorer le matériau.

Les valeurs de la diffusivité thermique  $D_{m2}$  déterminées à partir de l'épaisseur de référence sont plus près des valeurs de référence et présentent moins d'incertitude que celles de  $D_{m1}$  déterminées à partir de l'épaisseur mesurée par la relation (2.37). Dans ce second cas, il faut en effet ajouter les incertitudes sur la valeur de l'épaisseur. Toutefois, l'intérêt de la méthode développée est la capacité à mesurer en même temps les deux paramètres, diffusivité et épaisseur, sans contact et à distance. Les mesures de  $D_{m1}$  sont souvent insuffisantes pour une mesure de référence, mais peuvent être tout à fait suffisantes pour le contrôle ou le suivi de la variation de la diffusivité thermique à distance. Pour une mesure de référence, il faut utiliser les valeurs de  $D_{m2}$  avec des incertitudes inférieures à 10%.

Par ailleurs, il faut remarquer que les valeurs données pour la diffusivité thermique de référence sont celles pour des matériaux de haute pureté (>99,9%); dans notre cas, le taux de pureté des matériaux est parfois moins élevé (cf. paragraphe 4.2.1), ce qui peut conduire à une sous-estimation de la diffusivité thermique. La sous-estimation de la diffusivité thermique vient aussi de la détermination de la fréquence  $f_{min}$ . L'optimisation de  $f_{min}$  sera présentée en paragraphe 4.4.

Les résultats obtenus avec la méthode d'ajustement sont moins précis que ceux obtenus par les formules simples malgré de nombreux points expérimentaux. Cela peut en partie s'expliquer par le fait que les plus faibles valeurs d'incertitudes sont celles obtenues au niveau du minimum de déphasage. En effet, à basse fréquence, l'amplitude thermique n'est pas suffisamment faible (~10K à 1Hz) et cela en résulte une variation d'environ  $\pm 2\%$  de la diffusivité thermique. Au contraire, à haute fréquence, le signal thermique détecté par le détecteur IR est faible (~20μV à 500Hz) et il en résulte une instabilité dans la mesure de l'amplificateur à détection synchrone. De plus, l'amplificateur à détection synchrone a une

meilleure performance de 3Hz à 500Hz (cf. figure 3.19). Si la méthode d'ajustement est appliquée uniquement sur la courbure autour du minimum de déphasage, les résultats correspondent aux résultats obtenus par les formules simples.

La comparaison avec les valeurs de la littérature est présentée en figure 4.14. Nos résultats de diffusivité thermique sont un peu inférieurs aux valeurs de référence, cela pourrait être dû à l'erreur associée au fait que le détecteur IR ne vise pas une zone ponctuelle autour du centre de la zone chauffée, la sous-estimation sera corrigée en paragraphe 4.4.

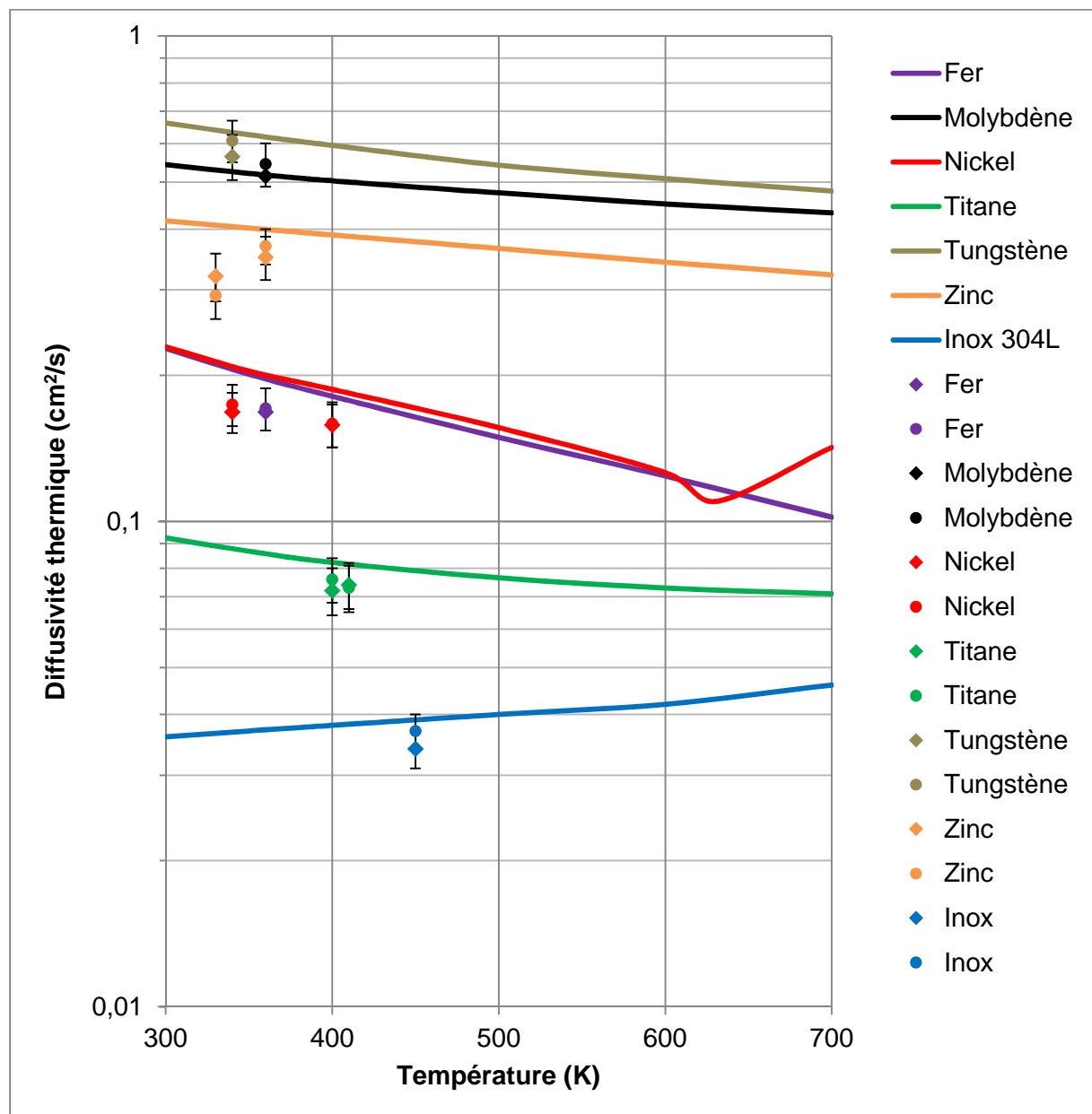


Figure 4.14. Comparaison entre les valeurs mesurées et les valeurs de référence de la diffusivité thermique<sup>87</sup>. Les courbes en trait plein représentent les valeurs de référence, les points carrés représentent  $D_c$  et les points ronds représentent  $D_m$

## 4.3. Les gaines Zircaloy-4

Au-delà du cas de plaques planes métalliques, nous nous sommes intéressés à des gaines de Zircaloy-4, qui représentent une application très intéressante dans le domaine du nucléaire.

Le Zircaloy 4 est un alliage de zirconium (98,23 % en masse), étain (1,45 %), chrome (0,10 %), fer (0,21 %), et hafnium ( $< 0,01$  %) <sup>88</sup>. C'est le matériau de gainage principal des combustibles des centrales à eau sous pression. Il existe des variantes du Zy-4 (taux d'étain plus faible) qui permettent de diminuer la desquamation de la couche d'oxyde qui se forme pendant le fonctionnement.

La comparaison entre la taille de la gaine et la taille de la zone de chauffage est illustrée en figure 4.15. Comme le diamètre de la gaine est beaucoup plus grand que la zone chauffée, on peut considérer la zone de chauffage comme une surface plane.

### 4.3.1. Caractéristique des gaines Zircaloy-4

La géométrie de la gaine est cylindrique avec 9.5 mm de diamètre externe et 0.57 mm d'épaisseur (cf. figure 4.15). La gaine noire est recouverte d'une couche d'oxyde.

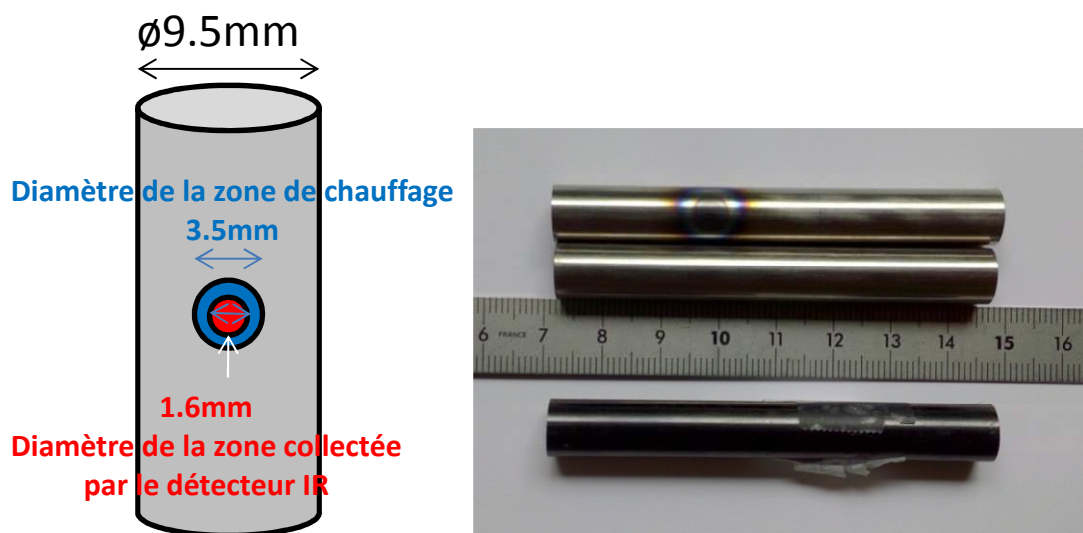


Figure 4.15. Photo d'échantillons de gaines de Zircaloy-4 (oxydée en bas) et comparaison entre le diamètre de la gaine, de la zone de chauffage et de la zone collectée par le détecteur IR

## 4.3.2. Résultats de mesure de déphasage

### 4.3.2.1. Gaine Zircaloy-4 vierge

Nous avons d'abord chauffé la gaine à une puissance faible qui n'entraîne pas un dommage surfacique, puis à une puissance plus élevée pour voir les effets de la couche d'oxyde surfacique formée. Les résultats de mesure de déphasage sont présentés sur la figure 4.16. Les températures obtenues sont de 70°C et 330°C avec les puissances respectives de 2,7 W et 4,2W. La température est mesurée avec un thermocouple placé en face interne de la gaine. A 330°C, une couche nanométrique d'oxyde  $ZrO_2$  apparaît sur la surface de la gaine sous la forme d'une tache noire sur la zone de chauffage (cf. figure 4.15).

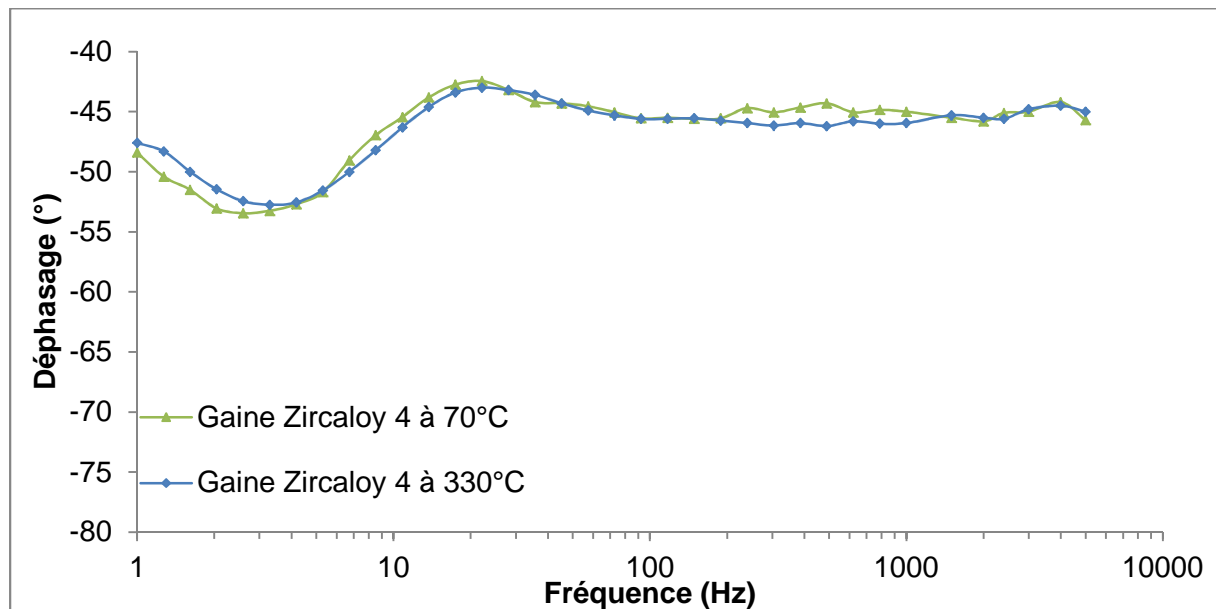


Figure 4.16. Déphasage en fonction de la fréquence de la gaine Zircaloy-4

Sur le tableau 4.9, l'épaisseur mesurée présente un écart de 3% à 6% par rapport à la valeur réelle, l'incertitude de mesure est de 2 à 3%. La diffusivité thermique mesurée a un écart de moins de moins de 10% par rapport à la valeur réelle, l'incertitude de mesure est de 9%. Les valeurs mesurées de l'épaisseur et de la diffusivité thermique sont surévaluées par rapport aux valeurs de référence. Cela pourrait être dû à la forme cylindrique de la gaine. Les précisions des résultats à 70°C et ceux à 330°C sont quasi identiques.

Tableau 4.9. Mesure de l'épaisseur et de la diffusivité thermique de la gaine Zircaloy-4

|   | Gaine Zircaloy-4 vierge                       |                    | Echantillon 1 | Echantillon 2 |
|---|---|--------------------|---------------|---------------|
| 1 | Puissance moyenne                             | W                  | 2,7           | 4,2           |
| 2 | Température                                   | °C                 | 70±5          | 330±5         |
| 3 | D <sub>réf</sub> référence                    | cm <sup>2</sup> /s | 0,073±0,003   | 0,079±0,003   |
| 4 | L <sub>réf</sub> référence                    | µm                 | 570±2,5       | 570±2,5       |
| 5 | r <sub>0</sub> mesuré                         | µm                 | 1740±30       |               |
| 6 | φ <sub>min</sub> mesuré                       | °                  | -53,5±0,5     | -52,8±0,5     |
|   | f <sub>min</sub> mesurée                      | Hz                 | 3,11±0,3      | 3,38±0,3      |
| 7 | L <sub>m</sub> mesurée                        | µm                 | 590±15        | 605±11        |
|   |   | écart              | 3.5%          | 6%            |
|   |   | incertitude        | 2.5%          | 2%            |
| 8 | D <sub>m1</sub> mesurée avec L <sub>m</sub>   | cm <sup>2</sup> /s | 0,068±0,006   | 0,076±0,007   |
|   |   | écart              | 7%            | 3.5%          |
|   |   | incertitude        | 9%            | 9%            |
| 9 | D <sub>m2</sub> mesurée avec L <sub>réf</sub> | cm <sup>2</sup> /s | 0,066±0,006   | 0,071±0,006   |
|   |   | écart              | 10%           | 10%           |
|   |   | incertitude        | 9%            | 9%            |

#### 4.3.2.2. Gaine Zircaloy-4 avec couche d'oxyde

Dans la réalité, au cours du fonctionnement en cœur d'un réacteur à eau pressurisée, à ~300°C pendant plusieurs années, la couche d'oxyde devient importante. Suivant la loi de Fick, on peut calculer l'épaisseur de la couche cumulée dans le temps. De notre côté, nous allons étudier l'influence de cette couche d'oxyde sur la mesure de l'épaisseur et de la diffusivité thermique de la gaine. Pour le dépôt de couche d'oxyde, la gaine est mise au four pour former la couche d'oxyde avec les conditions suivantes:

- Température 500°C sous air pendant 37 heures pour avoir 5µm d'oxyde
- Température 550°C sous air pendant 23 heures pour avoir 10µm d'oxyde
- Température 550°C sous vapeur pendant 51 heures pour avoir 15µm d'oxyde

L'état de surface de l'échantillon avec 10µm de couche d'oxyde est affecté par l'effet de nitruration. Les deux autres échantillons ont une bonne surface de couche d'oxyde. Les échantillons de couche d'oxyde sont chauffés avec une même puissance 2,7W. Les mesures de déphasage sont présentées en figure 4.17.

L'influence de la couche d'oxyde à basse fréquence est très faible et nous pouvons toujours utiliser la méthode du déphasage minimal pour déterminer l'épaisseur et la diffusivité thermique de la gaine, les résultats sont présentés dans le tableau 4.10. Les incertitudes des mesures sont inférieures à 10%.

A haute fréquence, l'influence de la couche d'oxyde est très forte, le déphasage décroît après le déphasage maximal, à 20Hz environ. Nous avons tracé pour comparaison en figure 4.18, les courbes théoriques obtenues avec un échantillon identique à celui utilisé

mais qui aurait une absorption surfacique parfaite. Ces courbes théoriques sont tracées avec l'équation 2-21 avec une couche  $ZrO_2$  d'épaisseur de  $5\mu m$ ,  $10\mu m$  et  $15\mu m$  sur un substrat de Zircaloy-4 d'épaisseur  $570\mu m$  (la couche  $ZrO_2$  est supposée absorbante surfacique). Elles donnent, comme les courbes expérimentales obtenues, une décroissance forte aux hautes fréquences, peut être due à la couche d'oxyde.

Cette couche est en réalité transparente au rayonnement laser dans la gamme de longueur d'onde  $1\mu m$ , donc notre modèle théorique n'est plus représentatif et la caractérisation de la couche d'oxyde n'est pas possible en utilisant le modèle actuel.

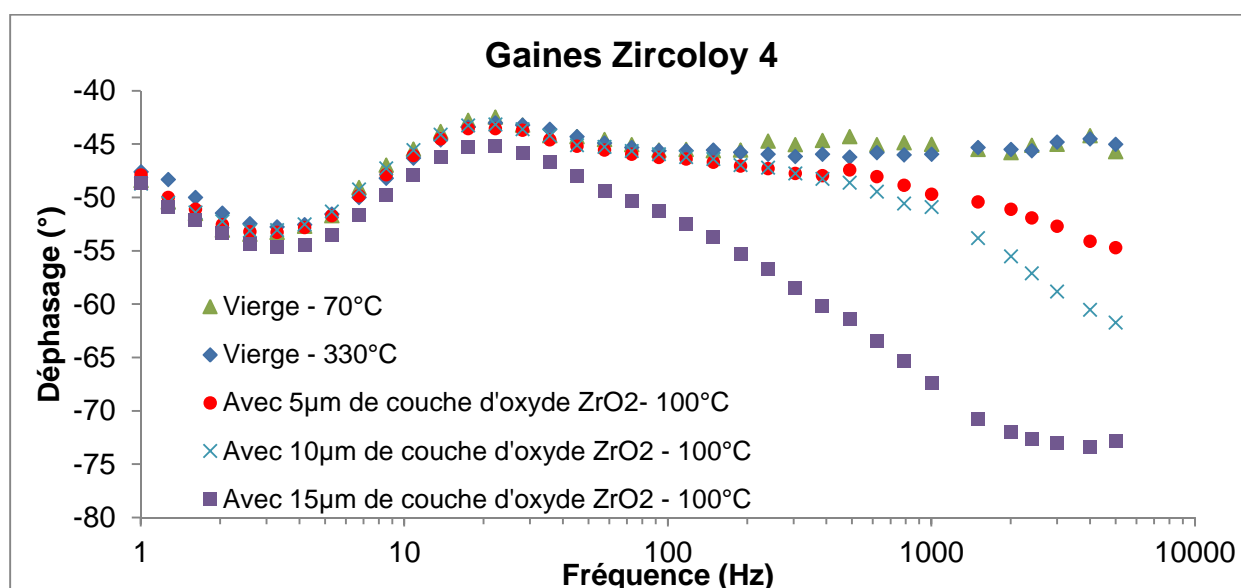


Figure 4.17. Déphasage en fonction de la fréquence de la gaine Zircaloy 4 avec couche d'oxyde

Tableau 4.10. Mesure de l'épaisseur et de la diffusivité thermique de la gaine Zircaloy 4 avec une couche d'oxyde

| Gaine Zircaloy-4 avec couche d'oxyde |                             |             |                   |                   |                   |
|--------------------------------------|-----------------------------|-------------|-------------------|-------------------|-------------------|
|                                      | Epaisseur de couche d'oxyde | $\mu m$     | 5                 | 10                | 15                |
| 1                                    | Puissance moyenne           | W           | 2,7               | 2,7               | 2,7               |
| 2                                    | Température                 | $^{\circ}C$ | $100 \pm 5$       | $100 \pm 5$       | $100 \pm 5$       |
| 3                                    | $D_{réf}$ référence         | $cm^2/s$    | $0,073 \pm 0,003$ | $0,073 \pm 0,003$ | $0,073 \pm 0,003$ |
| 4                                    | $L_{réf}$ référence         | $\mu m$     | $570 \pm 2,5$     | $570 \pm 2,5$     | $570 \pm 2,5$     |
| 5                                    | $r_0$ mesuré                | $\mu m$     | $1740 \pm 30$     |                   |                   |
| 6                                    | $\phi_{min}$ mesuré         | $^{\circ}$  | $-53,3 \pm 0,5$   | $-53,1 \pm 0,5$   | $-54,7 \pm 0,5$   |
|                                      | $f_{min}$ mesurée           | Hz          | $3,11 \pm 0,3$    | $3,11 \pm 0,3$    | $3,38 \pm 0,3$    |
| 7                                    | $L_m$ mesurée               | $\mu m$     | $594 \pm 15$      | $598 \pm 15$      | $564 \pm 15$      |
|                                      |                             | écart       | 4,2%              | 4,9%              | 1%                |
|                                      |                             | incertitude | 2.6%              | 2.6%              | 2.5%              |
|                                      | $D_{m1}$ mesurée            | $cm^2/s$    | $0,068 \pm 0,006$ | $0,069 \pm 0,006$ | $0,071 \pm 0,006$ |



|   |                                    |             |                   |                   |                   |
|---|------------------------------------|-------------|-------------------|-------------------|-------------------|
| 8 | avec $L_m$                         | écart       | 6,3%              | 5,7%              | 3,2%              |
|   |                                    | incertitude | 9%                | 9%                | 9%                |
| 9 | $D_{m2}$ mesurée<br>avec $L_{réf}$ | $cm^2/s$    | $0,066 \pm 0,006$ | $0,066 \pm 0,006$ | $0,071 \pm 0,006$ |
|   |                                    | écart       | 10%               | 10%               | 2,3%              |
|   |                                    | incertitude | 9%                | 9%                | 9%                |

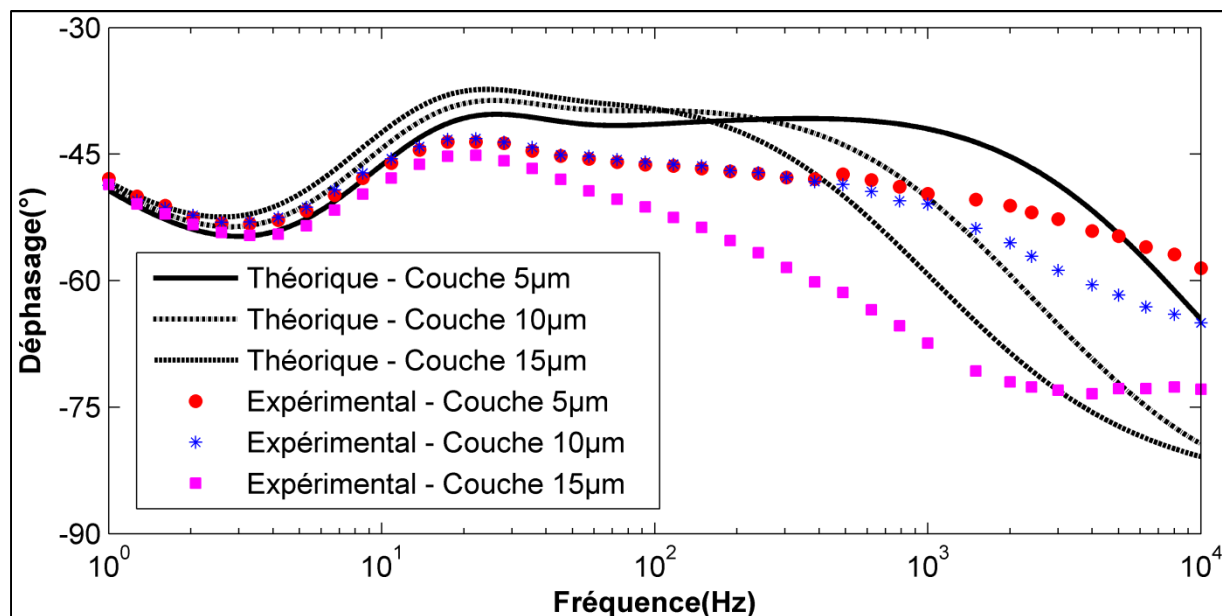


Figure 4.18. Comparaison entre les résultats expérimentaux et théoriques des gaines  
Zircaloy-4 oxydées

La comparaison entre les valeurs mesurées et les valeurs de référence est présentée sur la figure 4.19.

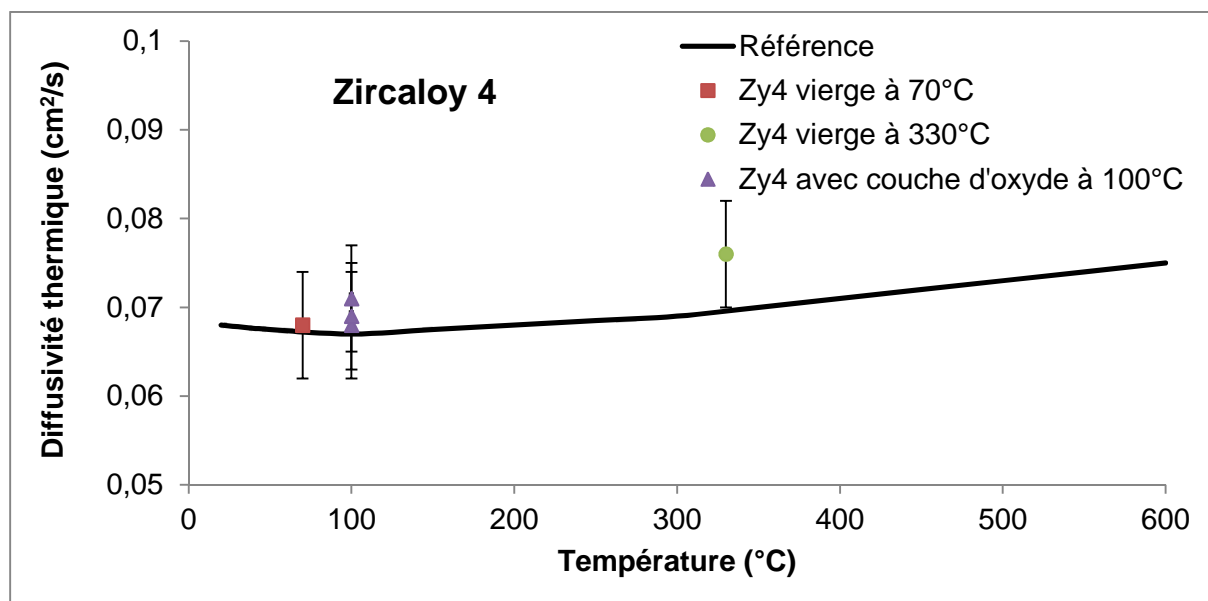


Figure 4.19. Comparaison entre les valeurs mesurées et les valeurs de référence de la  
diffusivité thermique de zircaloy-4<sup>89,90</sup>

## 4.4. Optimisation des mesures des plaques

L'étude multiparamétrique du paragraphe 2.2.3.1 sur la position du point de mesure nous a conduits à collecter le signal IR provenant d'une surface dont le rayon est inférieur à  $r_0/2$ ,  $r_0$  étant le rayon à  $1/e$  du faisceau laser sur l'échantillon. Pour optimiser nos résultats, il est possible d'améliorer ces conditions de mesure ; deux options d'optimisation ont été identifiées :

- la première option est de déplacer la lentille convexe pour avoir une zone de mesure la plus petite possible, tout en veillant à garder un signal suffisant pour le bon fonctionnement de l'amplificateur à détection synchrone.
- la deuxième option est de calculer l'influence de l'effet de moyenne résultant de la mesure du déphasage du rayonnement thermique issu d'une surface de rayon  $r_D$  ( $r_D = r_0/2$  selon 2.2.3.1) et non d'un point.

### 4.4.1. Méthode d'optimisation

La suite du paragraphe présente cette dernière option dans le cas d'un faisceau laser de rayon  $r_0 = 1740 \mu\text{m}$  et d'un détecteur infrarouge qui collecte le signal issu d'une surface de rayon  $r_D = 800 \mu\text{m}$ . Les 2 surfaces sont supposées centrées sur l'impact du faisceau.

La composante variable du rayonnement thermique mesuré par un détecteur infrarouge est calculée à l'aide de la loi de Stefan-Boltzmann sur une surface  $S_D$  de rayon  $r_D$  (en supposant la luminance lambertienne et la réponse du détecteur plate sur le domaine de  $1,5\mu\text{m}$  à  $11\mu\text{m}$ ):

$$\begin{aligned}
 \frac{dF_{\text{thermique}}}{dS} &= \varepsilon \Omega \int_{1,5\mu\text{m}}^{11\mu\text{m}} \frac{2 h c^2}{\lambda^5} \frac{1}{\exp\left(\frac{hc}{k \lambda T}\right) - 1} d\lambda \\
 &= \varepsilon \Omega \int_{1,5\mu\text{m}}^{11\mu\text{m}} \frac{2\pi h c^2}{\lambda^5} \frac{1}{\exp\left(\frac{hc}{k \lambda (T_0 \pm \Delta T)}\right) - 1} d\lambda \\
 F_{\text{thermique}}|_{S_D} &= \int_{S_D} \varepsilon \Omega \int_{1,5\mu\text{m}}^{11\mu\text{m}} \frac{2\pi h c^2}{\lambda^5} \frac{1}{\exp\left(\frac{hc}{k \lambda (T_0 \pm \Delta T)}\right) - 1} d\lambda dS \\
 \Rightarrow &= \varepsilon \Omega \int_{r=0}^{r=r_D} \int_{\lambda=1,5\mu\text{m}}^{\lambda=11\mu\text{m}} \frac{2\pi h c^2}{\lambda^5} \frac{1}{\exp\left(\frac{hc}{k \lambda (T_0 \pm \Delta T)}\right) - 1} 2\pi r d\lambda dr
 \end{aligned}$$

$$2 \cdot \Delta F_{thermique} \Big|_{S_D} = \varepsilon \Omega \int_{r=0}^{r=r_D} \int_{\lambda=1,5\mu m}^{\lambda=11\mu m} \frac{2\pi h c^2}{\lambda^5} \frac{1}{\exp\left(\frac{hc}{k \lambda (T_0 + \Delta T)}\right) - 1} 2\pi r d\lambda dr -$$

$$\Rightarrow -\varepsilon \Omega \int_{r=0}^{r=r_D} \int_{\lambda=1,5\mu m}^{\lambda=11\mu m} \frac{2\pi h c^2}{\lambda^5} \frac{1}{\exp\left(\frac{hc}{k \lambda (T_0 - \Delta T)}\right) - 1} 2\pi r d\lambda dr$$

où

$\Omega$  est l'angle solide sous lequel est vu la lentille de collection depuis l'échantillon

$\varepsilon$  est l'émissivité

$\lambda$  et  $\alpha_{détecteur}$  sont la longueur d'onde et le coefficient d'absorption du détecteur

$c = 299\,792\,458$  m/s (vitesse de la lumière dans le vide)

$h = 6,626\,17 \times 10^{-34}$  J.s (constante de Planck)

$k = 1,380\,66 \times 10^{-23}$  J/K (constante de Boltzmann)

$T_0$  et  $\Delta T$  sont la moyenne et l'amplitude de la température surfacique en Kelvin

Le déphasage est l'argument du flux thermique  $\Delta F_{thermique}$ .  $T_0$  et  $\Delta T$  sont calculées par l'équation (2-27) avec  $n=0$  et 1.

Les formules (2-35) et (2-37) sont appliquées avec  $r_D$  très petit pour une mesure ponctuelle au centre de chauffage. Nous allons comparer cette mesure ponctuelle avec la mesure sur une surface de  $r_D=800\mu m$  (cf. figure 4.20). Dans les calculs, on considère qu'une mesure effectuée sur une surface de rayon  $1\mu m$  peut être assimilée à une mesure ponctuelle.

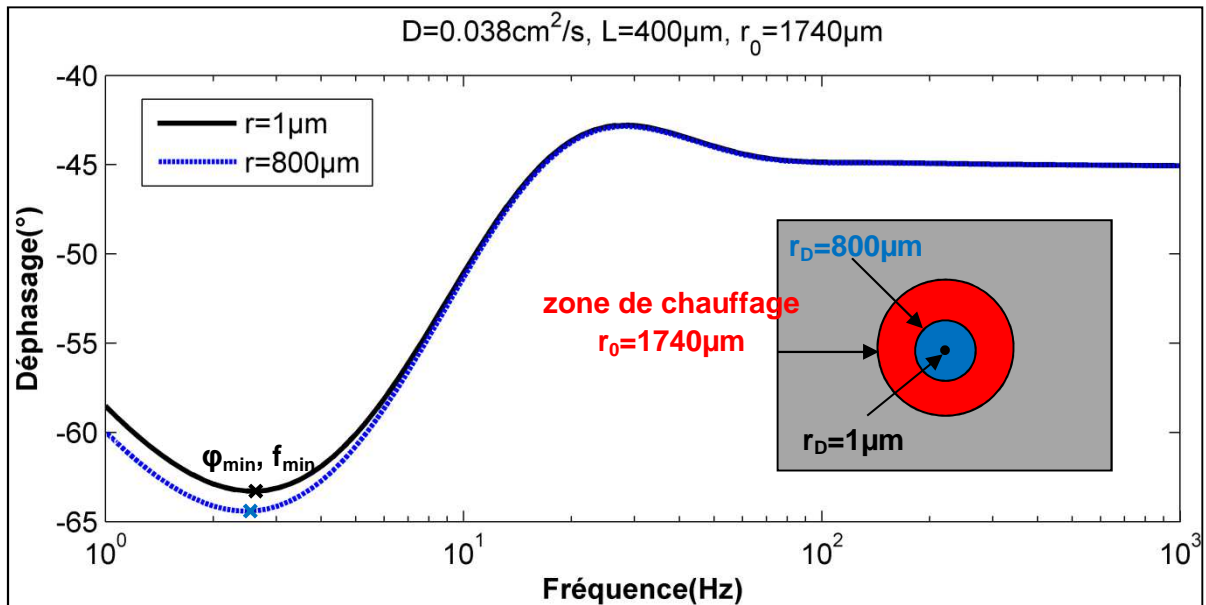


Figure 4.20. Comparaison entre le déphasage résultant d'une mesure ponctuelle et celui résultant d'une mesure sur une surface de rayon  $r_D$

La différence de déphasage  $\delta\varphi_{min} = \varphi_{min}(r_D = 1\mu m) - \varphi_{min}(r_D = 800\mu m)$  ne dépend pas de la diffusivité thermique de l'échantillon car le déphasage minimal  $\varphi_{min}$  n'en dépend pas. Les valeurs de  $\delta\varphi_{min}$  calculées en fonction de l'épaisseur sont représentées sur la figure 4.21 (pour  $r_0=1740\mu m$ , les épaisseurs mesurées sont limitées à l'intervalle [ 20  $\mu m$  ; 900  $\mu m$ ], cf. paragraphe 1.2.3.5)

Pour un faisceau laser et un détecteur infrarouge fixés, la valeur de la fréquence  $f_{min}$  dépend de la diffusivité thermique et de l'épaisseur, mais la différence relative de fréquence  $\delta f_{min} = \log(f_{min}(r_D = 1\mu m)) - \log(f_{min}(r_D = 800\mu m))$  n'en dépend pas. En effet, en échelle logarithmique, la courbe de déphasage est seulement déplacée suivant l'axe de fréquence et la forme ne change pas quand la diffusivité thermique et l'épaisseur varient (cf. figure 2.11 et 2.12). La valeur de  $\delta f_{min}$  est  $\delta f_{min} = 20,2 \cdot 10^{-3}$ , cette valeur est obtenue par la modélisation.

$\delta\varphi_{min}$  et  $\delta f_{min}$  sont utilisées pour corriger les valeurs du déphasage minimum et de sa fréquence selon les relations:

$$\varphi_{min\_optimisé} = \delta\varphi_{min} + \varphi_{min}$$

$$\text{et } f_{min\_optimisé} = 1,048 \cdot f_{min}$$

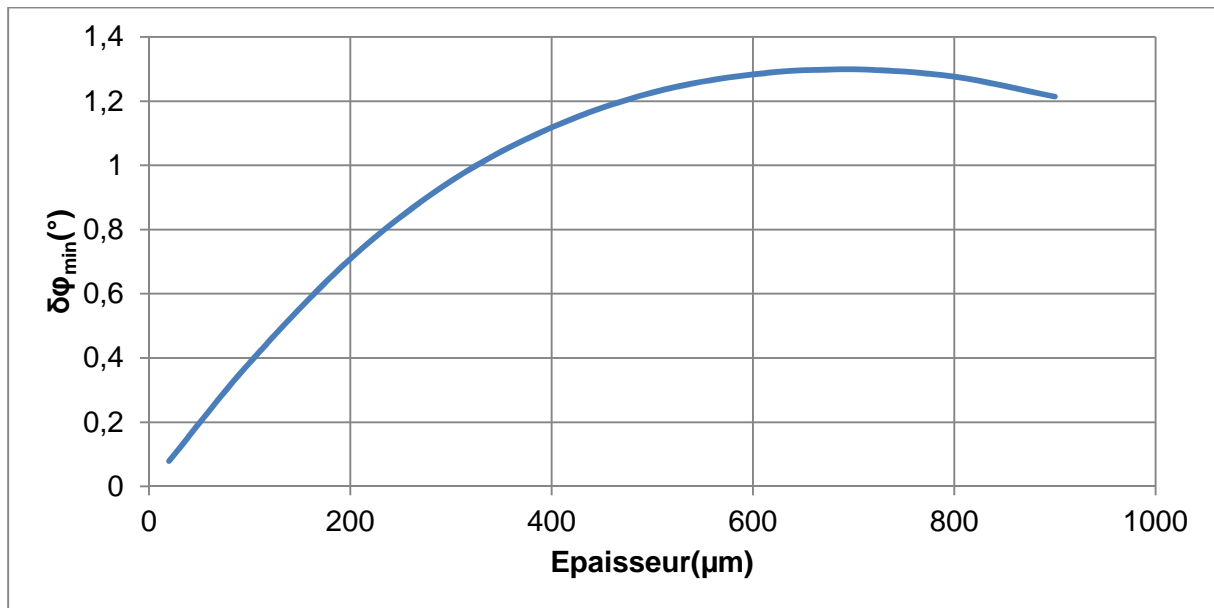


Figure 4.21. Différence de déphasage  $\delta\varphi_{min}$  en fonction de l'épaisseur de l'échantillon dans le cas d'un faisceau  $r_0=1740\mu m$ .

## 4.4.2. Résultats optimisés de l'épaisseur et de la diffusivité thermique

Les équations (2-35) et (2-37) permettent de calculer de nouvelles valeurs corrigées d'épaisseur et de diffusivité (diffusivité calculée avec la valeur de  $L$  résultant de l'équation 2-35). Les résultats sont présentés sur le tableau 4.11 suivant.

Tableau 4.11. Résultats de la mesure d'épaisseur et de la diffusivité thermique, sans et avec correction

|   | <b>Titane<br/>127<math>\mu\text{m}</math></b> | <b>Titane<br/>456<math>\mu\text{m}</math></b> | <b>Fer<br/>496<math>\mu\text{m}</math></b>    | <b>Molybdène<br/>210<math>\mu\text{m}</math></b> | <b>Inox 304L<br/>400<math>\mu\text{m}</math></b> |
|---|---|---|---|--|--|
| <b>T<br/>(K)</b>  | 400<br>$\pm 5$                                | 410<br>$\pm 5$                                | 370<br>$\pm 5$                                | 360<br>$\pm 5$                                   | 450<br>$\pm 5$                                   |
| <b><math>r_0</math><br/>(<math>\mu\text{m}</math>)</b>                    | 1740<br>$\pm 30$                              | 1740<br>$\pm 30$                              | 1740<br>$\pm 30$                              | 1740<br>$\pm 30$                                 | 1740<br>$\pm 30$                                 |
| <b><math>\Phi_{min}</math><br/>(<math>^\circ</math>)</b>                  | -81<br>$\pm 0,5$                              | -60.3<br>$\pm 0,5$                            | -58.8<br>$\pm 0,5$                            | -75.5<br>$\pm 0,5$                               | -64.8<br>$\pm 0,5$                               |
| <b><math>f_{min}</math><br/>(Hz)</b>                                      | 18.5<br>$\pm 2$                               | 4.25<br>$\pm 0.5$                             | 9<br>$\pm 1$                                  | 70<br>$\pm 10$                                   | 2.5<br>$\pm 0.3$                                 |
| <b><math>L_c</math><br/>(<math>\mu\text{m}</math>)</b>                    | <b>121</b><br><b><math>\pm 7</math></b>       | <b>458</b><br><b><math>\pm 12</math></b>      | <b>489</b><br><b><math>\pm 13</math></b>      | <b>198</b><br><b><math>\pm 8</math></b>          | <b>372</b><br><b><math>\pm 11</math></b>         |
| <b><math>D_c</math><br/>(<math>\text{cm}^2/\text{s}</math>)</b>           | <b>0.072</b><br><b><math>\pm 0.009</math></b> | <b>0.074</b><br><b><math>\pm 0.008</math></b> | <b>0.168</b><br><b><math>\pm 0.018</math></b> | <b>0.465</b><br><b><math>\pm 0.057</math></b>    | <b>0.034</b><br><b><math>\pm 0.003</math></b>    |
| <b><math>\Phi_{min\_optimisé}</math><br/>(<math>^\circ</math>)</b>        | -80,6<br>$\pm 0,5$                            | -59,2<br>$\pm 0,5$                            | -57.6<br>$\pm 0,5$                            | -74.8<br>$\pm 0,5$                               | -63.7<br>$\pm 0,5$                               |
| <b><math>f_{min\_optimisé}</math><br/>(Hz)</b>                            | 19,4<br>$\pm 2$                               | 4.5<br>$\pm 0.5$                              | 9.4<br>$\pm 1$                                | 81,2<br>$\pm 10$                                 | 2.6<br>$\pm 0.3$                                 |
| <b><math>L_{optimisée}</math><br/>(<math>\mu\text{m}</math>)</b>          | <b>127</b><br><b><math>\pm 7</math></b>       | <b>480</b><br><b><math>\pm 13</math></b>      | <b>513</b><br><b><math>\pm 13</math></b>      | <b>209</b><br><b><math>\pm 8</math></b>          | <b>392</b><br><b><math>\pm 11</math></b>         |
| <b><math>D_{optimisée}</math><br/>(<math>\text{cm}^2/\text{s}</math>)</b> | <b>0.079</b><br><b><math>\pm 0.009</math></b> | <b>0.081</b><br><b><math>\pm 0.008</math></b> | <b>0.185</b><br><b><math>\pm 0.019</math></b> | <b>0.568</b><br><b><math>\pm 0.062</math></b>    | <b>0.038</b><br><b><math>\pm 0.003</math></b>    |
| <b><math>L_{réf}</math><br/>(<math>\mu\text{m}</math>)</b>                | 127<br>$\pm 2.5$                              | 456<br>$\pm 2.5$                              | 496<br>$\pm 2.5$                              | 210<br>$\pm 2.5$                                 | 400<br>$\pm 2.5$                                 |
| <b><math>D_{réf}</math><br/>(<math>\text{cm}^2/\text{s}</math>)</b>       | 0.082<br>$\pm 0.008$                          | 0.081<br>$\pm 0.008$                          | 0.191<br>$\pm 0.019$                          | 0.52<br>$\pm 0.052$                              | 0.039<br>$\pm 0.004$                             |

Tableau 4.11. Résultats de la mesure d'épaisseur et de la diffusivité thermique, sans et avec correction (continue)

|   | Nickel<br>100µm        | Nickel<br>506µm        | Tungstène<br>315µm     | Zinc<br>508µm          | Zinc 104µm             |
|---|------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|
| <b>T<br/>(K)</b>                                    | 410<br>±5              | 350<br>±5              | 350<br>±5              | 370<br>±5              | 330<br>±5              |
| <b>r<sub>0</sub><br/>(µm)</b>                       | 1740<br>±30            | 1740<br>±30            | 1740<br>±30            | 1740<br>±30            | 1740<br>±30            |
| <b>Φ<sub>min</sub><br/>(°)</b>                      | -82,5<br>±0,5          | -58.8<br>±0,5          | -69.5<br>±0,5          | -59.2<br>±0,5          | -82.5<br>±0,5          |
| <b>f<sub>min</sub><br/>(Hz)</b>                     | 50<br>±5               | 9<br>±1                | 55<br>±5               | 19<br>±2               | 88<br>±5               |
| <b>L<sub>c</sub>(µm)</b>                            | <b>100</b><br>±7       | <b>489</b><br>±13      | <b>292</b><br>±10      | <b>481</b><br>±13      | <b>100</b><br>±7       |
| <b>D<sub>c</sub><br/>(cm<sup>2</sup>/s)</b>         | <b>0.158</b><br>±0.020 | <b>0.168</b><br>±0.018 | <b>0.565</b><br>±0.060 | <b>0.350</b><br>±0.037 | <b>0.281</b><br>±0.035 |
| <b>Φ<sub>min_optimisé</sub><br/>(°)</b>             | -82,1<br>±0,5          | -57.6<br>±0,5          | -68.6<br>±0,5          | -58,0<br>±0,5          | -82,1<br>±0,5          |
| <b>f<sub>min_optimisé</sub><br/>(Hz)</b>            | 52,4<br>±5             | 9.4<br>±1              | 57.6<br>±5             | 19.9<br>±2             | 92,2<br>±2             |
| <b>L<sub>optimisée</sub><br/>(µm)</b>               | <b>105</b><br>±7       | <b>513</b><br>±13      | <b>308</b><br>±10      | <b>505</b><br>±13      | <b>106</b><br>±7       |
| <b>D<sub>optimisée</sub><br/>(cm<sup>2</sup>/s)</b> | <b>0.175</b><br>±0.021 | <b>0.185</b><br>±0.019 | <b>0.623</b><br>±0.066 | <b>0.384</b><br>±0.04  | <b>0.311</b><br>±0.038 |
| <b>L<sub>réf</sub><br/>(µm)</b>                     | <b>100</b><br>±2.5     | <b>506</b><br>±2.5     | <b>315</b><br>±2.5     | <b>508</b><br>±2.5     | <b>104</b><br>±2.5     |
| <b>D<sub>réf</sub><br/>(cm<sup>2</sup>/s)</b>       | <b>0.185</b><br>±0.018 | <b>0.204</b><br>±0.02  | <b>0.626</b><br>±0.062 | <b>0.395</b><br>±0.039 | <b>0,408</b><br>±0.004 |

On peut voir que les résultats de la diffusivité thermique se sont améliorés et approchent les valeurs de référence avec une incertitude de 5% à 10%. Les résultats de l'épaisseur ont toujours une incertitude de 5% à 10% par rapport aux valeurs de référence. La comparaison entre la justesse des valeurs mesures avant et après l'optimisation est présenté en figure 4.22 et 4.23. Pour la mesure de l'épaisseur, les valeurs optimisées ne sont pas meilleures à cause de l'incertitude du déphasage. C'est difficile d'obtenir une incertitude moins de 5%. Pour les mesures de la diffusivité thermique, les valeurs optimisées sont meilleurs (sauf pour molybdène).

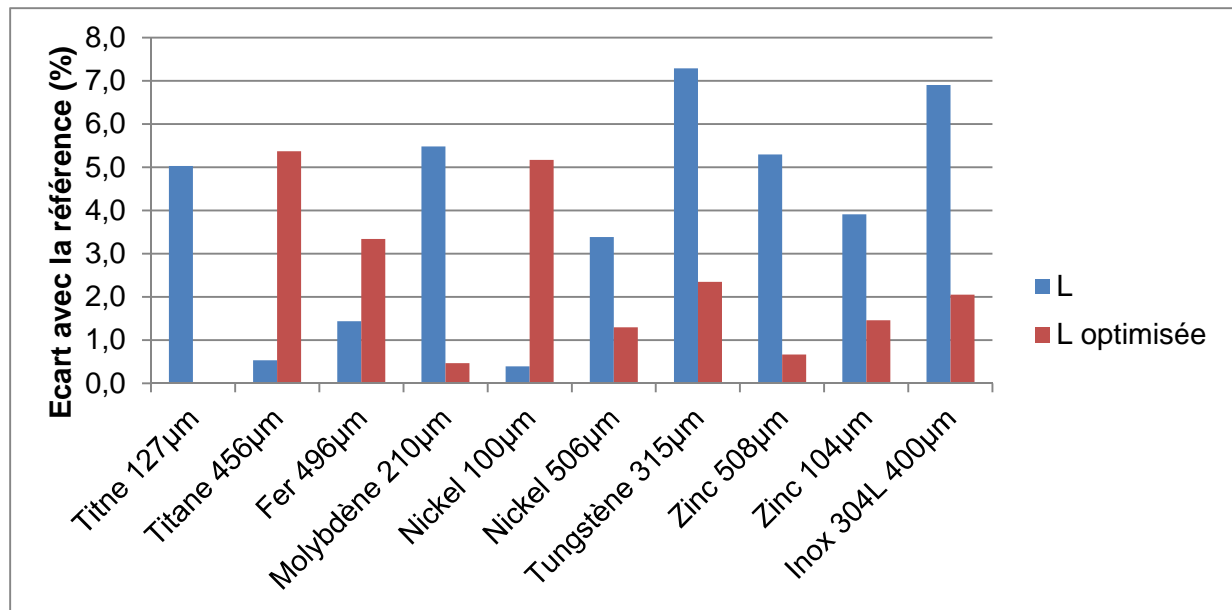


Figure 4.22. Comparaison entre la justesse des valeurs mesures avant et après l'optimisation de la mesure de l'épaisseur

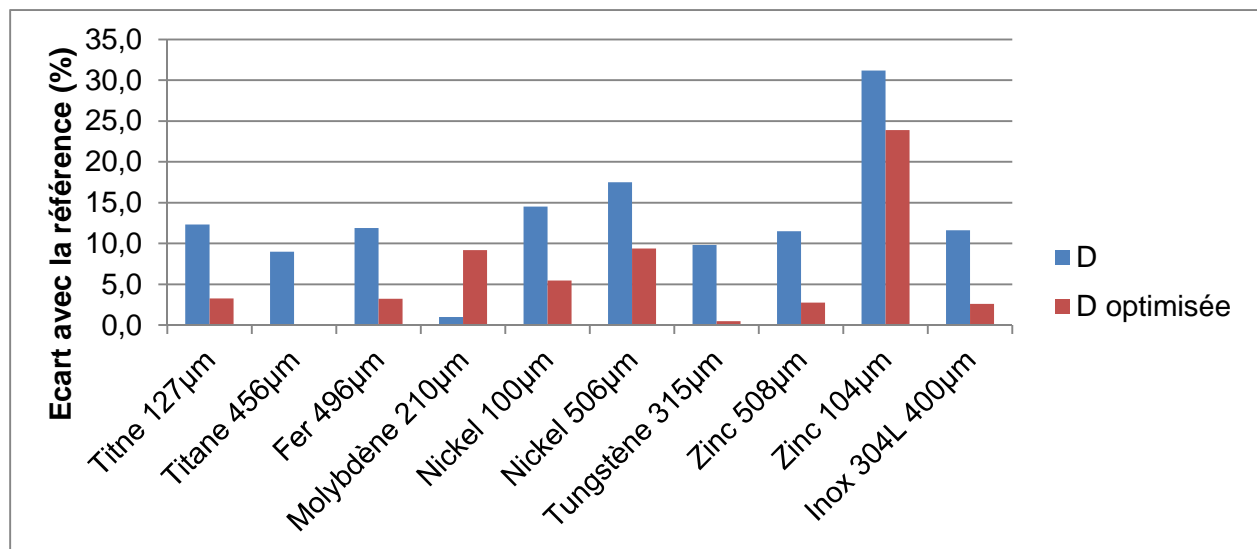


Figure 4.23. Comparaison entre la justesse des valeurs mesures avant et après l'optimisation de la mesure de la diffusivité thermique

## 4.5. Conclusions du chapitre 4

Nous avons développé une méthode complète pour la détermination de l'épaisseur et de la diffusivité thermique d'une plaque absorbante avec l'épaisseur dans l'intervalle  $[r_0/100 ; r_0/2]$ . Cette méthode est non destructive, sans contact et à distance. Elle peut aussi s'appliquer à une géométrie cylindrique si le diamètre est suffisamment grand devant le

diamètre du faisceau laser (dans notre cas  $r_{\text{cylindrique}} \approx 3.r_0$ ). L'épaisseur et la diffusivité thermique peut être déterminées par les formules suivantes:

$$L = \frac{r_0}{\zeta_\varphi} \ln \frac{90}{|\varphi_{\min}|} \text{ et } D = \frac{1}{\zeta_f} f_{\min} L r_0$$

où L, D et  $r_0$  sont respectivement l'épaisseur, la diffusivité thermique et le rayon de faisceau laser à 1/e en intensité;  $\varphi_{\min}$  et  $f_{\min}$  sont le déphasage minimum et sa fréquence;  $\zeta_\varphi$  et  $\zeta_f$  sont des coefficients connus qui dépendent respectivement du déphasage minimum et du rapport  $r_0/L$ .

Cette méthode a été validée sur différents matériaux métalliques, titane, fer, molybdène, inox, nickel, tungstène et zinc, pour les épaisseurs de 100  $\mu\text{m}$  à 500  $\mu\text{m}$ . Les résultats sont obtenus avec un défaut d'incertitude de moins de 10% pour l'épaisseur et de moins de 15% pour la diffusivité thermique.

Une application sur les gaines Zircaloy-4 a aussi été validée pour les gaines neuves et les gaines oxydées jusqu'à 15  $\mu\text{m}$  d'épaisseur de couche d'oxyde. La couche d'oxyde en face externe n'a d'influence ni sur la mesure de l'épaisseur ni sur celle de la diffusivité thermique de la gaine. Les échantillons avec différentes épaisseurs de couches d'oxyde se différencient par leurs courbes de déphasage à haute fréquence. Cela permet d'anticiper une possibilité de caractériser cette couche d'oxyde.



# Conclusions générales

Ce travail rentre dans le cadre général du contrôle non destructif de matériaux, sans contact et à distance, ne demandant qu'un accès optique à la face avant des composants, contrôle particulièrement adapté au milieu du nucléaire. Une nouvelle méthode de détermination des propriétés thermiques, basée sur la technique de radiométrie photothermique modulée est présentée dans les cas d'une plaque et d'une couche sur un substrat.

La technique consiste d'abord à: - chauffer un échantillon par un laser de puissance modulée; - acquérir le rayonnement infrarouge émis par l'échantillon - et filtrer le signal obtenu par détection synchrone. En régime stationnaire, la réponse thermique peut être décrite comme un signal modulé dont l'amplitude et la phase dépendent de la fréquence de modulation du laser. La connaissance du déphasage et de l'amplitude de cette réponse thermique à différentes fréquences permet de caractériser l'échantillon par ajustement d'un modèle théorique associé. Par rapport à l'amplitude, le déphasage présente l'avantage d'être indépendant de la réflectivité de l'échantillon et de la puissance du laser.

Les paramètres optiques et thermophysiques sont supposés rester constants sur la plage de température explorée par le régime stationnaire. Les analyses de la sensibilité et les études multiparamétriques ont permis d'établir des formules simples pour déterminer les propriétés thermiques d'une plaque ou d'une couche sur le substrat.

Les résultats obtenus sont les suivants:

## **Modèle théorique:**

- Développement d'un modèle thermique du chauffage 3D pour le cas d'une couche sur un substrat avec la prise en compte de la résistance thermique de l'interface.
- Prise en compte de l'échange thermique par convection (loi de Newton) avec l'environnement dans le cas d'une plaque.

## **Calcul numérique:**

- Développement d'un code de calcul (Matlab) pour la modélisation du déphasage (analyse de sensibilité, étude multiparamétrique) et de l'amplitude thermique.

## **Les formules simples:**

- **Cas d'une plaque opaque**, absorbant en surface:

L'épaisseur  $L$  et diffusivité thermique  $D$  sont déterminée par les formules :

$$L = \frac{r_0}{\zeta_\varphi} \ln \frac{90}{|\varphi_{\min}|} \quad \text{et} \quad D = \frac{1}{\zeta_f} f_{\min} L r_0$$

où  $r_0$  est le rayon du faisceau laser (en 1/e intensité),  $\varphi_{\min}$ ,  $f_{\min}$  sont respectivement le minimum de déphasage et sa fréquence

Ces formules sont applicables pour les plaques opaques avec une épaisseur  $L$  plus grande que la longueur d'absorption laser  $1/\alpha$  et beaucoup plus petite que les autres dimensions de la plaque. Le rayon du faisceau laser doit être compris dans la gamme  $2L \leq r_0 \leq 100L$ .

- **Cas d'une plaque épaisse ( $L \gg r_0$ ):**  $D = 3,5 \cdot 10^{-8} f_{-22,5^\circ} r_0^2$

où  $f_{-22,5^\circ}$  est la fréquence au déphasage  $-22,5^\circ$

- **Cas d'une couche mince ( $L \ll r_0$ ) sur un substrat avec un contact thermique parfait:**

$$\frac{E_c}{E_s} = -\tan(\varphi_{\text{extrémal}})^{1.5}$$

où  $E_c$ ,  $E_s$  sont respectivement l'effusivité thermique de la couche et celle du substrat,  $\varphi_{\text{extrémal}}$  est le déphasage extrême (minimal ou maximal)

### **Validation expérimentale:**

- La validation expérimentale a été faite sur des plaques métalliques d'épaisseur 100µm à 500µm avec les matériaux inox 304L, nickel, titane, tungstène, molybdène, zinc, fer. Les valeurs de l'épaisseur sont obtenues avec une incertitude de moins de 10% et celles de la diffusivité thermique avec une incertitude de moins de 15%.
- Nous avons aussi réalisé des essais sur des gaines Zircaloy-4 (vierges et pré-oxydées). Les résultats montrent que la présence de la couche d'oxyde, d'épaisseur quelques µm, n'a pas d'influence sur les déterminations de l'épaisseur et de la diffusivité thermique du Zy4, les valeurs déterminées sont proches des valeurs de référence. La différence entre les résultats expérimentaux et les valeurs de référence peut être due à la forme cylindrique de la surface de l'échantillon, tandis que les formules simples ont été déterminées pour des surfaces planes. Le modèle ou la configuration expérimentale peuvent être modifiés pour assurer une meilleure précision de la détermination.

- Dans le cas des échantillons pré-oxydés, nous observons que le déphasage à haute fréquence dépend de l'épaisseur de la couche d'oxyde. Cette information pourrait être utilisée pour caractériser cette couche.

### **Bilan:**

En conclusion, la radiométrie photothermique modulée présente plusieurs avantages: le traitement et la configuration expérimentale sont simples; le déphasage ne dépend ni de la puissance du laser ni des propriétés optiques de la surface. La méthode peut être utilisée pour déterminer l'épaisseur et les propriétés thermophysiques de plaques et de tubes, pour suivre leurs variations dans le temps ou pour détecter des défauts. La compréhension du comportement de la diffusion thermique dans le temps, à différentes températures, en environnements sévères, peut en effet aider à déterminer la durée de vie des composants.

## **Perspectives**

Il serait intéressant d'étendre le domaine d'application de la méthode, par exemple :

- à d'autres types de matériaux,
- aux couches semi-transparentes et aux couches très minces (inférieures au  $\mu\text{m}$ ) cas en particulier des couches d'oxydes dont l'influence à haute fréquence a été observée,
- aux plaques très minces,
- à une couche sur un substrat fini,
- aux multicouches.

L'amplitude thermique apportant aussi des informations sur le matériau en complément du déphasage, il serait intéressant de l'exploiter pour augmenter la précision des mesures.

# Liste des communications

## **Brevet:**

- Dépôt de brevet, Juin 2013, n° FR 1355905 « *Procédé de détermination de la diffusivité thermique et système pour la mise en œuvre* ».

## **Articles:**

- S. Pham Tu Quoc, G. Cheymol, and A. Semerok, *New contactless method for thermal diffusivity measurements using modulated photothermal radiometry*, Review of Scientific Instruments **85**, 054903 (2014), doi: 10.1063/1.4874195
- S. Pham Tu Quoc, G. Cheymol, and A. Semerok, *Phase lock-in thermography for metal walls characterization*, ANIMMA conférence 2013
- S. Pham Tu Quoc, G. Cheymol, and A. Semerok, *Modulated photothermal radiometry for thermal diffusivity measurement and layer surface characterization*, QIRT conférence 2014

## **Conférences:**

- Congrès ANIMMA, présentation orale, Juin 2013
- Congrès QIRT, présentation orale, Juillet 2014.

## **Présentations orales:**

- Journées des doctorats de DANS 2014 – CEA Saclay
- Journées des doctorats de DPC 2013 – CEA Saclay
- Journées des doctorats de DPC 2012 – CEA Saclay
- Journées des scientifique EDOM 2012

## **Posters:**

- Journées des doctorats de DANS 2013 – CEA saclay

# Références

- <sup>1</sup> Carslaw H.S. and Jaeger J.C., Conduction of Heat in Solids, Oxford at the Clarendon Press, 1959.
- <sup>2</sup> Parker W. J., Jenkins R. J., Butler C. P., Abbott G. L., Flash Method of Determining Thermal Diffusivity, Heat Capacity, and Thermal Conductivity, J. Appl. Phys., Vol. 32, No. 9, 1679-1684, 1961.
- <sup>3</sup> Cutler M., Cheney G.T., Heat-Wave Methods for the Measurement of Thermal Diffusivity, J. Appl. Phys., Vol. 34, No. 7, p. 1902-1908, 1963.
- <sup>4</sup> Cowan R.D., Pulse Method of Measuring Thermal Diffusivity at High Temperatures, J. Appl. Phys. Vol. 34, 926, 1963.
- <sup>5</sup> Donaldson A.B., Radial conduction effects in the pulse method of measuring thermal diffusivity, J. Appl. Phys., Vol. 43, No. 10, p. 4226-4228, 1972.
- <sup>6</sup> Clark L.M., Taylor R.E., Radiation Loss in the Flash Method for Thermal Diffusivity, J. Appl. Phys., Vol. 46, No. 2, 714, 1975.
- <sup>7</sup> Pradere C., Clerjaud L., Batsale J. C., and Dilhaire S., High speed heterodyne infrared thermography applied to thermal diffusivity identification, Rev. Sci. Instrum., 82, 054901, 2011.
- <sup>8</sup> Cape J.A., Lehman G.W., Temperature and Finite Pulse-Time Effects in the Flash Method for Measuring Thermal Diffusivity, J. Appl. Phys., Vol. 34, No. 7, p. 1909-1913, 1963.
- <sup>9</sup> Heckman R.C., Finite Pulse-time and Heat-loss Effects in Pulse Thermal Diffusivity Measurements, J. Appl. Phys., Vol. 44, No.4, p. 1455-60, 1973.
- <sup>10</sup> Dusza L., Combined solution of the simultaneous heat loss and finite pulse corrections with the laser flash method, High Temp. High Press., Vol. 27/28, p. 467-473, 1995/1996.
- <sup>11</sup> Beedham K., Dalrymple L.P., The measurement of thermal diffusivity by the flash method. An investigation into errors arising from the boundary conditions, Rev. Int. Hautes Temp. Réfract., vol. 7, p. 278-283, 1970.
- <sup>12</sup> McKay J.A., Schriempf J.T., Corrections for Nonuniform Surface Heating Errors in Flash Method Thermal Diffusivity Measurements, J. Appl. Phys. Vol. 47, No. 4, 1668-1671, 1976.
- <sup>13</sup> Yamane T., Katayama S., and Todoki M., Experimental Investigation of Nonuniform Heating and Heat Loss from a Specimen for the Measurement of Thermal Diffusivity by the Laser Pulse Heating Method, Int. J. Thermophys. Vol. 18, No. 1, 269-290, 1997.
- <sup>14</sup> Hasselman D.P.H., Donaldson K.Y., Effects of Detector Nonlinearity and Specimen Size on the Apparent Thermal Diffusivity of NIST 8425 Graphite, Int. J. Thermophys., Vol. 11, No. 3, p. 573- 585, 1990.
- <sup>15</sup> Chu F.I., Taylor R.E., and Donaldson A.B., Thermal diffusivity measurements at high temperatures by the radial flash method, J. Appl. Phys., 51(1), 336, 1980.
- <sup>16</sup> Amazouz M., Moyne C., Degiovanni A., Measurement of the thermal diffusivity of anisotropic materials, High Temp. High Press., Vol. 19, 37-41, 1987
- <sup>17</sup> Lachi M., Degiovanni A., Détermination des diffusivités thermiques des matériaux anisotropes par méthode flash bidimensionnelle, J. Phys. III France, Vol. 1, p. 2027-2046, 1991
- <sup>18</sup> Gartsman K.G., Dedegkaev T.T., Terekhov A.D., and Sher E.M., Contactless method of determining the coefficient of thermal diffusivity of local domains of surface layers and thin films, Inzhenerno-Fizicheskii Zhurnal, Vol. 31, No. 2, p. 289-294, 1976.
- <sup>19</sup> Salazar A., Mendioroz A., Apinaniz E., Pradere C., Noel F. and Batsale J.C., Extending the flash method to measure the thermal diffusivity of semitransparent solids, Meas. Sci. Technol. 25 (2014) 035604 (7pp)
- <sup>20</sup> Leung W. P., Tam A. C., Techniques of flash radiometry, J. Appl. Phys., Vol. 56, No.1, p. 153-161, 1984.
- <sup>21</sup> Leung W.P., Tam A.C., Thermal diffusivity in thin films measured by noncontact single-ended pulsed-laser-induced thermal radiometry, Optics Letters, Vol. 9, No.3, p. 93-95, 1984.

- <sup>22</sup> Balageas D.L et Bosher D., L'évaluation des pertes dans les expériences photothermiques impulsives. Application à la détermination des coefficients de transfert convectif sur des maquettes en soufflerie, C.R. Acad. Sciences Paris, vol. 305, p. 13-16, 1987.
- <sup>23</sup> Angström A.J., Ann. Phys. Chem. (Pogg. Ann.), Vol 114, p. 513-530, 1861. [Philos. Mag., Vol. 25, p. 130-142, 1863.
- <sup>24</sup> Cowan R.D., Proposed Method of Measuring Thermal Diffusivity at High Temperatures, Applied Optics, Vol. 32, No. 7, p. 1363, 1961.
- <sup>25</sup> Edward J. Kubiak, Infrared Detection of Fatigue Cracks and Other Near-Surface Defects, September 1968 / Vol. 7, No. 9 / APPLIED OPTICS
- <sup>26</sup> Rosencwaig A., Gersho A., Theory of photoacoustic effects with solids, J. Appl. Phys., Vol. 47, No. 1, p. 64-69, 1976.
- <sup>27</sup> Lachaine A., Thermal Analysis by Photoacoustic Phase Measurements: Effects of Sample Thickness, J. Appl. Phys., Vol. 57, No. 11, p. 5075-5077, 1985
- <sup>28</sup> Busse G., Photothermal transmission probing of a metal, Infrared Phys., Vol. 20, p. 419-422, 1980.
- <sup>29</sup> Bennett C.A. Jr., Patty R.R., Thermal wave interferometry: a potential application of the photoacoustic effect, Appl. Optics, Vol. 21, No. 1, p. 49-54, 1982.
- <sup>30</sup> Almond D.P., Patel P.M., Pickup I.M., Reiter H., An evaluation of the suitability of thermal wave interferometry for the testing of plasma sprayed coatings, NDT Int., Vol. 18, No. 1, p. 17-24, 1985.
- <sup>31</sup> Kim S.W., Lee J., Taylor R.E., Photoacoustic determination of thermophysical properties of thin metallic plates using parameter estimation, Int. J. Thermophys., Vol. 12, No. 6, p. 1063-1075, 1991.
- <sup>32</sup> Akabori M., Nagasaka Y., Nagashima A., Measurement of the thermal diffusivity of thin films on substrate by the photoacoustic method, Int. J. Thermophys., Vol. 13, No. 3, p. 499-514, 1992.
- <sup>33</sup> Yoshida A., Omae Y., Kurita T., Washio S., Measurement of the thermal diffusivity of metallic foils and films by the photoacoustic method, Int. J. Thermophys., Vol. 21, No. 2, p. 513-524, 2000.
- <sup>34</sup> Saenger K.L., An interferometric calorimeter for thin-film thermal diffusivity measurements, J. Appl. Phys., Vol. 65, No. 4, p.1447-1452, 1989.
- <sup>35</sup> Frederikse H.P.R., Ying X.T., Feldman A., in Proceedings of Materials Research Society Symposium, Vol. 142, p. 289-294, 1989.
- <sup>36</sup> Roger J.P., Lepoutre F., Fournier D., Boccara A.C., Thermal diffusivity measurement of micron-thick semiconductor films by mirage detection, Thin Solid Films, Vol. 155, No. 1, p. 165-174, 1987.
- <sup>37</sup> Baumann J. and Tilgner R., Determining photothermally the thickness of a buried layer, Journal of Applied Physics 58, 1982 (1985).
- <sup>38</sup> Sheard S. J. and Somekh M. G., Measurement of opaque coating thickness using photothermal radiometry, Applied Physics Letters 53, 2715 (1988); doi: 10.1063/1.100161
- <sup>39</sup> Almond, D.P., and Patel, P.M., Photothermal Science and Techniques, Vol. 10 in the series "Physics and its Applications" E.R. Dobbs, and S.B. Palmer (Eds.), Chapman and Hall, London, 1996.
- <sup>40</sup> Rosencwaig, A., Photoacoustics and Photoacoustic Spectroscopy, Vol. 57 in the series Chemical Analysis, Elving, P.J., Winefordner, J.D., and Kolthoff, I.M. (Eds.), Wiley, New York, 1980.
- <sup>41</sup> Coufal H., Lüscher E., Korpiun P., Schneider, S., and Tilgner, R. (Eds.) Photoacoustics: Principles and Applications, Vieweg, Wiesbaden, 1981.
- <sup>42</sup> Nordal, P.E., and Kanstad, S.O., Photothermal Radiometry, Physica Scripta, 20, 659 (1979).
- <sup>43</sup> Tam A.C., Infrared Phys., 25, 305 (1985).
- <sup>44</sup> Coufal, H. and Mandelis, A., Ferroelectrics, 118, 379 (1991).
- <sup>45</sup> Chirtoc, M., Dadarlat, D., Bicanic, D., Antoniow, J.S., and Egée, M., Applications of

- Photothermal Calorimetry in Agriculture, Medicine, and Environmental Sciences, Ch. 6, p. 185, in "Progress in Photothermal and Photoacoustic Science and Technology", Vol. 3, Mandelis, A., and Hess, P. (Eds.), SPIE Optical Engn. Press, Bellingham, Washington, 1997.
- <sup>46</sup> Chirtoc M., Investigation of layered systems and temperature-dependent thermophysical characterization by photothermal methods with periodic excitation, Journal of Physics: Conference Series 214 (2010) 012005
- <sup>47</sup> Parker J. G., Optical Absorption in Glass: Investigation Using an Acoustic Technique, Applied optics / Vol. 12, No. 12 / December 1973
- <sup>48</sup> Herbert S. Bennett and Richard A. Forman, Frequency dependence of photoacoustic spectroscopy: Surface and bulkabsorption coefficients, Journal of Applied Physics 48, 1432 (1977); doi: 10.1063/1.323883
- <sup>49</sup> Alan McDonald F. and Grover C. Wetsel Jr., Generalized theory of the photoacoustic effect, Journal of Applied Physics 49, 2313 (1978); doi: 10.1063/1.325116
- <sup>50</sup> Alan McDonald F., Photoacoustic determination of small optical absorption coefficients: extended theory, Applied Optics / Vol. 18, No. 9 / 1 May 1979
- <sup>51</sup> Opsal J. and Rosencwaig A., Thermal wave depth profiling: Theory, Journal of Applied Physics 53, 4240, 1982
- <sup>52</sup> C. Frétigny, J.-Y. Duquesne, D. Fournier, and F. Xu, Thermal insulating layer on a conducting substrate. Analysis of thermorefectance Experiments, Journal of Applied Physics 111, 084313 (2012); doi: 10.1063/1.3702823
- <sup>53</sup> Alan McDonald F., Threedimensional heat flow in the photoacoustic effect, Applied Physics Letters 36, 123 (1980); doi: 10.1063/1.91402
- <sup>54</sup> Alan McDonald F., Threedimensional heat flow in the photoacoustic effectII: Cellwall conduction, Journal of Applied Physics 52, 381 (1981); doi: 10.1063/1.328505
- <sup>55</sup> Aamodt L. C. and Murphy J. C., Photothermal measurements using a localized excitation source, Journal of Applied Physics 52, 4903 (1981); doi: 10.1063/1.329451
- <sup>56</sup> Fabbri L. and Fenici P., Threedimensional photothermal radiometry for the determination of the thermal diffusivity of solids, Rev. Sci. Instrum. 66, 3593 (1995); doi: 10.1063/1.1146443
- <sup>57</sup> Semerok A., Jaubert F., Fomichev S., Thro P.-Y., Courtois X., Grisolia Ch., Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A, 693, 98 (2012).
- <sup>58</sup> Murphy J. C. and Aamodt L. C., Photothermal spectroscopy using optical beam probing: Mirage effect, 1980.
- <sup>59</sup> Salazar A. and Sánchezlavega A., Thermal diffusivity measurements using linear relations from photothermal wave experiments, 1994.
- <sup>60</sup> Zhang B., Imhof R.E., Hartree W., Thermal surface wave technique for thin film thermal diffusivity measurement, Journal de Physique IV (Colloque), Vol. 4, No. C7, p. C7/643-646, 1994.
- <sup>61</sup> Mendioroz A., Fuente R., Apiñaniz E., and Salazar A., Thermal diffusivity measurements of thin plates and filaments using lock-in thermography, Rev. Sci. Instrum. 80, 074904 (2009); doi: 10.1063/1.3176467
- <sup>62</sup> Salazar A., Mendioroz A., and Fuente A., The strong influence of heat losses on the accurate measurement of thermal diffusivity using lock-in thermography, Applied Physics Letters 95, 121905 (2009); doi: 10.1063/1.3236782
- <sup>63</sup> Salazar A., Mendioroz A., Fuente R., and Celorrio R., Accurate measurements of the thermal diffusivity of thin filaments by lock-in thermography, J. Appl. Phys. 107, 043508, 2010.
- <sup>64</sup> Zhang B., Imhof R.E., Theoretical analysis of the surface thermal wave technique for measuring the thermal diffusivity of thin slabs, Appl. Phys. A, Vol. 62, Issue 4, p. 323-334, 1995.
- <sup>65</sup> Salazar A. , Sa´nchez-Lavega A. , and Ocariz A., Thermal diffusivity of anisotropic materials by photothermal methods, Journal of Applied Physics 79, 3984 (1996); doi: 10.1063/1.361827

- <sup>66</sup> André S., Rémy B., Maillet D., Degiovanni A., and Serra J.-J., Modulated photothermal radiometry applied to semitransparent samples: Models and experiments, *Journal of Applied Physics* 96, 2566 (2004); doi: 10.1063/1.1774260
- <sup>67</sup> Reichling M. and Grönbeck H., Harmonic heat flow in isotropic layered systems and its use for thin film thermal conductivity measurements, 1994.
- <sup>68</sup> Battaglia J.L., Kusiak A., Bamford M., Batsale J.C., Photothermal radiometric characterization of a thin deposit using a linear swept-frequency heat flux waveform, *International Journal of Thermal Sciences* 45 (2006) 1035–1044
- <sup>69</sup> Grönbeck H. and Reichling M., Harmonic heat flow in anisotropic thin films, 1995.
- <sup>70</sup> Bein B. K. and Pelzl J., in *Surface Analysis and Interactions, Plasma diagnostics Vol. 2*, edited by O. Auciello and D. L. Flamm \_Academic, New York, 1989, pp. 211–236.
- <sup>71</sup> Nzodoum Fotsing J. L., Gibkes J., Pelzl J., and Bein B. K., Extremum method: Inverse solution of the two-layer thermal wave problem, *Journal of Applied Physics* 98, 063522 (2005); doi: 10.1063/1.2058180
- <sup>72</sup> Chotikapraphana S., Vazb F., Faria R.T.Jr., Fernandesb A.C., Kijamnajsuka P., Gibkesd J., Beind B.K., Macedoe F., Modulated IR radiometry as a tool for the thickness control of coatings, *Journal of Physics: Conference Series* 214 (2010) 012081 doi:10.1088/1742-6596/214/1/012081
- <sup>73</sup> Vaz F., Macedo F., Faria Jr. R.T., Torrell M., Cavaleiro A., Junge K. H., Bein B. K., Modulated IR Radiometry Applied to Study TiO<sub>2</sub> Coatings with Gold Nanocluster Inclusions, *Int J Thermophys* (2013) 34:1597–1605 DOI 10.1007/s10765-013-1398-y
- <sup>74</sup> Jannot Y., *Cours de transfert thermique*, Ecole des Mines Nancy, 2012
- <sup>75</sup> Laurat J., *Cours de Détecteurs Optiques et Introduction aux systèmes optroniques*, Laboratoire Kastler-Brossel, Université Pierre & Marie Curie
- <sup>76</sup> Gaussorgues G., *Détecteur infrarouges, techniques de l'ingénieur*
- <sup>77</sup> Français O., *Détection synchrone, école supérieure d'ingénieurs en électronique et électrotechnique, unité em4-cian*, 2003-2004
- <sup>78</sup> Koshlyakov N.S., Smirnov M.M., Gliner E.B., *Differential equations of mathematic physics*, 1964
- <sup>79</sup> Lagree P.Y., *Cours de conduction et coefficient d'échange thermique*, ENSTA
- <sup>80</sup> Beck J. V., Arnold K. J., *Parameter Estimation in Engineering and Science*, Wiley, New York 1977
- <sup>81</sup> D. Melyukov, Ph.D. thesis, French Atomic Energy and Alternative Energy Commission, Saclay, France, 2011.
- <sup>82</sup> Newport Co., [en ligne] <http://www.newport.com/Technical-Note-Optical-Detection-Systems/397680/1033/content.aspx>
- <sup>83</sup> Vigo system, Infrared detectors and related electronic devices, [en ligne] <http://www.vigo.com.pl/products/infrared-detectors/Photovoltaic-Detectors/pvmi-nte-series>
- <sup>84</sup> Tydex J.S.Co, [En ligne] <http://www.rayscience.com/TYDEX/Germanium.pdf>
- <sup>85</sup> Stanford Research Systemes, Document technique de l'amplificateur SR530
- <sup>86</sup> GUM 1995, Evaluation of measurement data — Guide to the expression of uncertainty in measurement
- <sup>87</sup> Touloukian Y. S., Powell R. W., Ho C. Y., Nicolaou M. C., *Thermal diffusivity (IFI/Plenum, New York, 1973).*
- <sup>88</sup> World Nuclear Association, Fuel Fabrication; Nuclear Fuel Fabrication, mars 2010.
- <sup>89</sup> Gilchrist K.E., Thermal property measurements on zircaloy-2 and associated oxide layers up to 1200°C, *Journal of Nuclear Materials* 62 (1976) 257-264
- <sup>90</sup> IAEA International Atomic Energy Agency, Thermophysical properties database of materials for light water reactors and heavy water reactors, Final report of a coordinated research project, 1999–2005